



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	小麦共同乾燥調製施設における近赤外分光法による小麦成分分析の精度
Author(s)	藤田, 秀夫; 川村, 周三
Citation	農業機械学会北海道支部会報, 49, 39-45
Issue Date	2009
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/71301
Type	journal article
File Information	Ka2009-1 NIR for Wheat Publishe.pdf



小麦共同乾燥調製施設における近赤外分光法による小麦成分分析の精度

藤田 秀夫*¹・川村 周三*²

要 旨

北海道の小麦共同乾燥調製施設における小麦成分の測定精度を明らかにするために、共乾施設と同様の条件で近赤外分析計の測定精度を検証した。その結果、共乾施設における小麦の水分とタンパク質の測定は精度が高いことが確認された。近赤外分析計の安定した高い測定精度を維持するために、定期的な測定精度の検証と必要に応じた検量線の更新が重要である。

[キーワード]：品質検査，水分，タンパク質，検量線

Accuracy of Determination of Wheat Constituent Contents by Near-infrared Spectroscopy
at Wheat Grain ElevatorsHideo FUJITA*¹, Shuso KAWAMURA*²

Abstract

We performed analysis using near-infrared spectrometry under the same conditions at wheat grain elevators in order to show the accuracy of near-infrared spectroscopy performed at wheat grain elevators in Hokkaido for determining wheat constituent contents. Validation statistics indicated that estimation by near-infrared spectroscopy of moisture content and protein content in wheat was sufficiently accurate for practical use at grain elevators. Periodical inspection for accuracy and updating of calibration models are important for maintaining a high level of performance of a near - infrared spectrometer.

[Keywords]：quality inspection, moisture content, protein content, calibration model

I 緒 言

近赤外分光法による穀物の成分分析の研究は1960年代にアメリカやカナダにおいて本格的に開始された（岩元ら，1994）。初期は穀物の水分定量法として研究され，1965年頃から小麦中のタンパク質の定量法へと発展させるべく精力的に研究が行われた（尾崎ら，1996）。その結果近赤外分光法は，1975年には Canadian Grain Commission（CGC）により小麦タンパク質の公定分析法として採用され，その後1978年には米国連邦穀物検査局により，1982年には American Association of Cereal Chemists（AACC）により小麦タンパク質の公定分析法として採用された。

わが国で近赤外分光法による農産物の非破壊分析が本格的に研究されるのは1980年代に入ってからである（岩元ら，1985；岩元，1986）。そして，今に至るまでに多くの研究が重ねられてきた。初期は穀物を粉碎して測定する反射型分析計が多かったが，近赤外分光技術の進歩により非破壊での測定，すなわち全粒（粉碎しないで粒のまま）で測定する透過型分析計が普及してきた。また，使用波長が可視光に近くなったことで，ディテクタが比較的安価なシリコンフォトダイオードを使用できるようになった。現在近赤外分光法は小麦や米だけでなく様々な農産物の成分分析に利用されるようになり，測定精度も向上している。

わが国において，近赤外分析計が穀物生産現場で使わ

* 1 北海道大学大学院農学院 食品加工工学研究室（060-8589 札幌市北区北9条西9丁目 TEL 011-706-2558, E-mail: hideofujita@bpe.agr.hokudai.ac.jp）Graduate School of Agricultural Science, Hokkaido University, Sapporo 060-8589, Japan

* 2 北海道大学大学院農学研究院 食品加工工学研究室（060-8589 札幌市北区北9条西9丁目 TEL 011-706-2558, E-mail: shuso@bpe.agr.hokudai.ac.jp）Graduate School of Agricultural Science, Hokkaido University, Sapporo 060-8589, Japan

れたのは、北海道で米の自動品質検査システムが開発されてからである (Kawamura et al., 1999, 2003)。穀物共同乾燥調製施設では、一日に多数の荷受を行う。従来から実験室レベルで、水分は常圧加熱乾燥法 (炉乾法)、タンパク質はケルダール法による測定が行われている。しかし、これらの方法は迅速な測定方法ではなく、生産現場レベルでは用いることはできなかった。そこで近赤外分光法を利用し穀物の水分とタンパク質を測定し、品質ごとに分別してその後の乾燥調製を行う技術 (いわゆる下見検査システム, 自主検査システム) が普及している。

近赤外分光法を用いた小麦の水分とタンパク質の測定精度は良いことが報告 (Osborne, 1983; Iwamoto et al., 1984; 夏賀ら, 1992; 夏賀ら, 2001) されている。これらは研究室で検量線を作成しその測定精度を検証した例が多く、共乾施設で近赤外分析計を用いた場合の実用現場での測定精度に関する報告 (玉城, 2008) は少ない。

そこで、共乾施設の測定時と同様の条件で小麦の水分とタンパク質を測定した際の精度を明らかにすることを目的に2006年および2007年の2年間にわたり試験を行った。

Ⅱ 方 法

1. 近赤外分析計

近赤外分析計は静岡製機製近赤外透過型分析計 (BR

シリーズ) に小麦専用の水分とタンパク質測定の検量線を組込んだものである。供試近赤外分析計の主要諸元を表1に示した。供試機は、従来から北海道の穀物共同乾燥調製施設で普及していた静岡製機製近赤外分析計 (GS シリーズ, QS シリーズ) に替えて、2005年から新に導入され始めた最新機種である。

検量線は静岡製機が作成したものである。検量線作成には850~1048nmの範囲で2 nm 毎の100波長 (透過光の吸光度 ($\log(1/T)$) スペクトル) を使用した。スペクトルの前処理として Mean center 処理と Multiplicative scatter correction (MSC) 処理を行い、Partial least squares (PLS) 回帰分析法により検量線を作成した。検量線作成には Thermo Scientific 社製のソフトウェア GRAMS/AI ver. 7.02を用いた。

2006年の試験では、2003年、2004年、2005年産の3年間の北海道産小麦のデータを基に作成した検量線を用いた。2007年の試験では上記の検量線に2006年北海道産小麦のデータを加え、改めて作成した検量線を用いた。

2. 試験場所と時期

2006年の試験は芽室町農業協同組合農業振興センターにおいて、7月下旬から8月上旬におこなった。

2007年の試験は北海道大学農学研究院において、7月下旬から8月下旬におこなった。

表1 供試近赤外分析計(BR シリーズ)の主要諸元

測定方式	近赤外透過式, 測定波長範囲: 730~1100nm, 0.5nm 毎 検量線の作成は, 850~1048nm で 2 nm 毎の100波長を使用し, Partial Least Squares (PLS) 法により作成する
測定対象	小麦, 玄米, 精米 (小麦と米ではパスレンジスリミッターを交換する)
測定項目	小麦: 水分, タンパク質, 光路長22mm 玄米: 水分, タンパク質, アミロース, 脂肪酸度, スコア, 光路長30mm 精米: 水分, タンパク質, アミロース, スコア, 光路長30mm
測定時間	約35秒 (7回反復測定の場合)
サンプル量	小麦: 350g (420mL), 玄米・精米: 450g (550mL)
サンプル前処理	不要 (全粒測定)
搭載 PC 機能	OS: Windows98SE CPU: Pentium II (166MHz) HDD: 18GB (ユーザー領域) ソフトウェア: オメガ・ソフトウェア
検量線記憶容量	制限なし
データ及び検量線移植	USB 接続の外部入出力装置, LAN
データ保存	本体メモリ, 外部出力
表示方式, 表示内容	大型タッチパネル (バックライト付), 測定年月日, 品目, 測定値等
外部出力端子	パラレル: 1, シリアル: 1, USB: 2, LAN: 1 外部モニター, キーボードまたはマウス
電源, 消費電力	AC100V $\pm$ 10%, 50/60Hz, 80VA
使用環境温度	5~35℃, 相対湿度80%以下 (結露なきこと) 品温は 5~35℃で装置との温度差が10℃以内のこと
寸法, 質量	幅585×高さ470×奥行385mm (取っ手の突起を含まず), 約35kg

表2 供試小麦（2006年）

産地（JA名）	ホクシン	キタノカオリ	春よ恋	合 計
JA 芽 室	29	19		48
JA 北 ひ び き	7		12	19
JA 石 狩	9			9
JA きたそらち	8			8
JA 妹 背 牛	5			5
JA 共 和	5			5
JA 美 瑛	5			5
JA いわみざわ		5		5
JA みねのぶ	3			3
JA ピ ン ネ	2			2
JA 北 い ぶ き	2			2
合 計	75	24	12	111

3. 供試試料

2006年の小麦試料として北海道各地から3品種（ホクシン75点、キタノカオリ24点、春よ恋12点、合計111点）の生小麦を収集した（表2）。小麦水分が高いことによる品質劣化を防止するため、各地で採取した試料は冷蔵宅配便（約3℃）でただちに試験場所に送付し、冷蔵庫で保管した。

2007年の小麦試料として北海道各地から6品種（ホクシン88点、キタノカオリ29点、きたもえ4点、春よ恋29点、ハルユタカ8点、きたほなみ5点、合計163点）の小麦を収集した（表3）。なお、きたほなみは2007年の時点ではまだ一般栽培されていない新品種である。北見農業試験場のご好意により、試験栽培されたきたほなみを入手し、試料とした。

表3 供試小麦（2007年）

産地（JA名等）	ホクシン	キタノカオリ	きたもえ	春よ恋	ハルユタカ	きたほなみ*	合 計
JA 新すながわ	1						1
JA た き か わ	2						2
JA ピ ン ネ	5						5
JA い し か り	7			3			10
JA き ょ う わ	1						1
JA よ う て い	6						6
JA ふ ら の	5			15			20
JA め む ろ	13	4					17
JA 道 央	3				8		11
JA な が ぬ ま	1		1				2
JA 北 い し か り	1						1
JA い わ み ざ わ	2	11		5			18
JA く り や ま	2						2
JA さ つ な い	5						5
JA 十 勝 高 島	1						1
JA き た ひ び き	5						5
JA き た み ら い	8	4					12
JA 木 野	1						1
JA お と ふ け	3						3
JA 帯 広 か わ に し	3						3
JA め ま ん べ つ	4	5		2			11
JA 新 し の つ		5					5
JA 伊 達 市			3				3
JA 斜 里 町				3			3
JA 東 も こ と				1			1
JA き た そ ら ち	1						1
そ の 他	8						8
十 勝 農 試						1	1
上 川 農 試						1	1
北 見 農 試						2	2
大 空 町						1	1
合 計	88	29	4	29	8	5	163

*：「きたほなみ」は2007年には一般栽培はされていない。「きたほなみ」はすべて試験栽培したものであり、北見農試のご好意により入手した。

4. 測定手順

入手した生小麦は、試料中に藁などの夾雑物が多い場合には、先ず唐箕で夾雑物を除去した。続いて、生小麦（高水分小麦）で全粒（粉碎しない小麦粒）の状態近赤外分析計を用いて水分とタンパク質を測定した（図1）。同時に水分基準分析のための試料を採取した。近赤外分析計による測定では、1度に350g強の試料を試料ホッパに入れた。測定を開始すると近赤外分析計は自動的に試料を測定セルに入れ（セルの光路長：22mm）近赤外スペクトルを測定する。近赤外分析計は、このスペクトルの測定を自動的に7回反復し、7回の測定の平均値（水分とタンパク質の測定値）を表示する。1度の測定が終了し測定値を表示した後に、改めて350g強の試料を試料ホッパに入れた。これを1試料につき3度反復し、3点の測定値を得た。

測定後の生小麦をテストドライヤで乾燥し（図2）、



図1 近赤外透過型分析計による小麦の測定



図2 テストドライヤ(左)による小麦の乾燥と生小麦(高水分小麦)の冷蔵庫保管(右)

上記と同様な手順で乾燥小麦（低水分小麦）の水分とタンパク質を測定した。それと同時に水分とタンパク質の基準分析のための試料をそれぞれ採取した。

5. 基準分析

(1) 水分

近赤外分析計を用いて測定した直後の試料（生小麦および乾燥小麦）の水分を測定した。水分は烘乾法（10g, 粒, 135℃, 24h 法）で測定した。烘乾法ではオープン周囲の空気中の絶対湿度により、測定した水分値に誤差が生じる。そこで水分測定中のオープン周囲の絶対湿度を測定し、農業機械学会の換算式（山下, 1976）により絶対湿度が0.008kg/kgにおける水分値に換算した。さらに農業機械学会の換算式（山下, 1976）により、食糧庁の標準計測法（5g, 粉碎, 105℃, 5h 法）による測定値（湿量基準）に換算した。同一試料につき三反復測定した。

(2) タンパク質

近赤外分析計を用いて測定した後の試料（乾燥小麦）のタンパク質を測定した。タンパク質はケルダール法により測定し、乾物基準で表した。同一試料につき二反復測定した。

Ⅲ 結果と考察

1. 基準分析値

表4に試料の基準分析値を示した。水分は2006年の最大値が46.1%と、2007年の41.8%に比べて高かったが、平均値は約18%とほぼ同じであった。水分の標準偏差（SD）は8.12%と7.78%であり、大きな差はなかった。水分の基準分析の反復測定の標準誤差（SE）は0.07%と0.06%であり、標準誤差は小さく精度の良い基準分析であった。

タンパク質は年次変動があり、平均値で2006年は13.4%、2007年は10.7%と、全体的に2006年よりも2007年のタンパク質が低かった。ところが、標準偏差は両年に大きな差はなかった。タンパク質の基準分析の標準誤差は0.04%、0.03%と両年ともに小さく、基準分析は良

表4 供試小麦の基準分析値

項 目	水 分 (%, w.b., 105℃)		タンパク質 (%, DM)	
	2006	2007	2006	2007
試 料 数	222	318	111	155
最 大 値	46.1	41.8	18.0	15.8
最 小 値	8.0	8.6	9.6	7.4
平 均 値	18.8	17.8	13.4	10.7
SD	8.12	7.78	1.64	1.69
SE	0.07	0.06	0.04	0.03

SD：標準偏差（Standard deviation），
SE：反復測定の標準誤差（Standard error）

い精度であった。

なお、近赤外分析計による反復測定標準誤差は、水分は2006年が0.07%、2007年が0.11%であり、タンパク質は0.07%、0.05%であった。近赤外分析計による反復測定標準誤差は基準分析の標準誤差とほぼ同じまたはやや大きかったが、反復測定の精度は良いと判断した。

2. 近赤外スペクトル

供試近赤外分析計による小麦の近赤外スペクトルの一例を図3に示した。水分(O-H基)やタンパク質(N-H基)の基準振動は波長が2500nm以上の赤外域にあり、近赤外域(800~2500nm)における上記官能基による吸収はすべて倍振動や結合振動である(岩元, 1986; 岩元ほか, 1994)とされる。本研究で用いた近赤外分析計の検量線作成波長は850~1048nmであり、近赤外域の中でも可視光に最も近い波長域である。供試機の測定波長の範囲では、960~970nm付近にO-H基の結合振動による吸収が、1000~1030nm付近にN-H基の2倍振動による吸収がある(岩元ほか, 1994)とされている。

3. 水分の測定精度

小麦の水分の測定精度を図4, 5に示した。図中の回帰式は近赤外分析計による測定値(x)から基準分析による測定値(y)を回帰したものである。この回帰式($y=ax+b$)のaが1に近いほど、またbが0に近いほど、測定精度が良いことを表す。決定係数(r^2)はxとyの相関係数の二乗であり、これが1に近いほど、測定精度が良いことを表す。Biasはxとyの差(誤差, 残差)の平均である。Standard error of prediction(SEP)はxとyの差の標準偏差(予測標準誤差)である。BiasとSEPは共に0に近いほど測定精度が良いことを表す。Ratio of SEP to SD (RPD)はyの標準偏差(Standard

deviation (SD))とSEPとの比(SD/SEP)を示したもので、この値が大きいほど精度が良いことを表す。

2006年, 2007年共に水分の測定精度は良かったが、2006年と比較して2007年の測定精度は向上した。すなわち、2006年に比較して2007年は回帰式のxの係数が1.03から1.00へと1に近づき、切片が-0.71から-0.13へと小さくなった。同様に、Biasが0.09%から0.07%へと小さくなり、SEPが0.79%から0.34%へと小さくなり、RPDが10.3から23.1へと大きくなった。Williams (Williams, 2001)によれば、RPDが8.1以上であれば、その検量線はどのような分析(Any application)にも使えるExcellentな精度であるとされている。

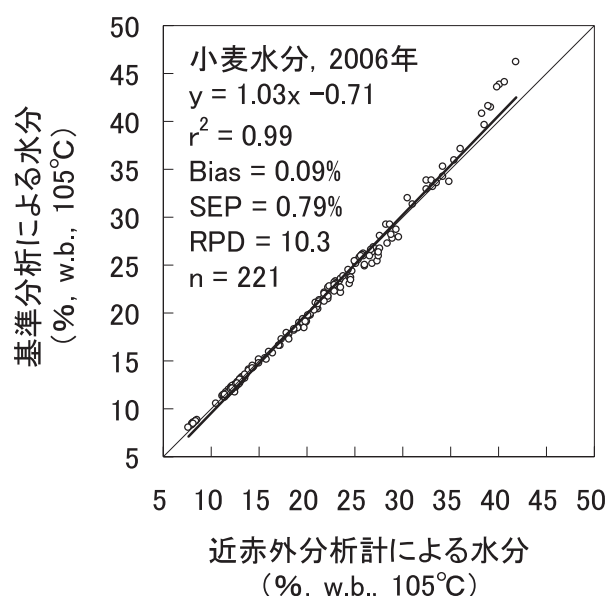


図4 近赤外分析計による小麦水分の測定精度(2006年)

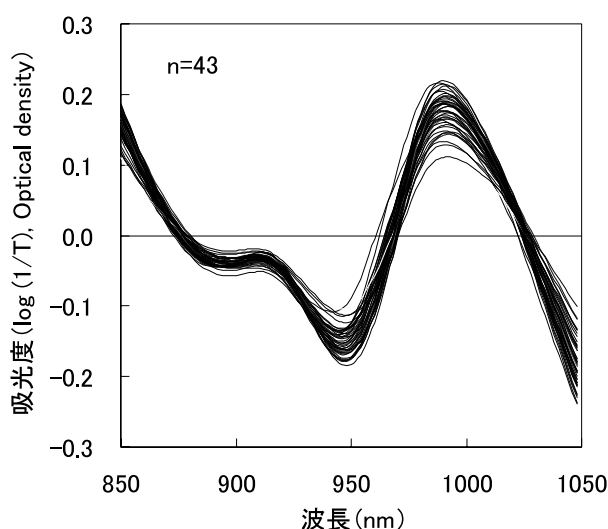


図3 供試近赤外分析計による小麦の近赤外スペクトルの一例

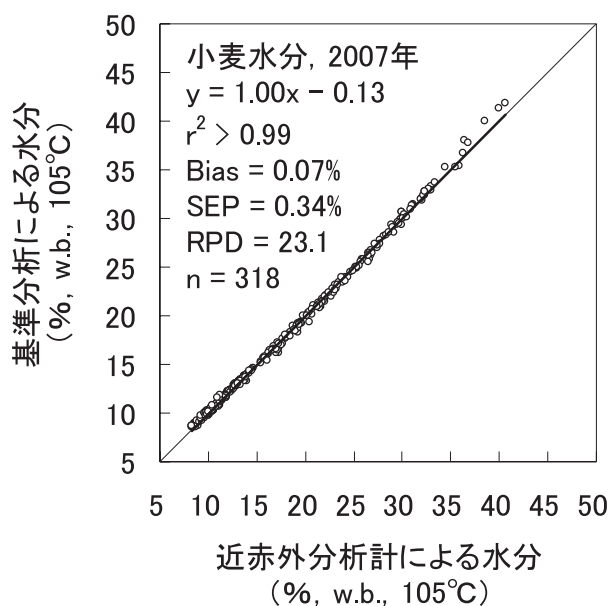


図5 近赤外分析計による小麦水分の測定精度(2007年)

したがって小麦水分の測定精度は非常に良いことが確認された。

2006年は過去3年間(2003, 2004, 2005年)のデータから作成した検量線を用いて測定した。2007年は、過去4年間(2003, 2004, 2005, 2006年)のデータから作成した検量線を用いて測定した。このように、検量線作成データの収集年数を増やすことで、より安定した精度の高い(ロバストな, robust)水分の測定が可能となった。

4. タンパク質の測定精度

小麦のタンパク質の測定精度を図6, 7に示した。2006年と比較して2007年のタンパク質の測定精度は向上

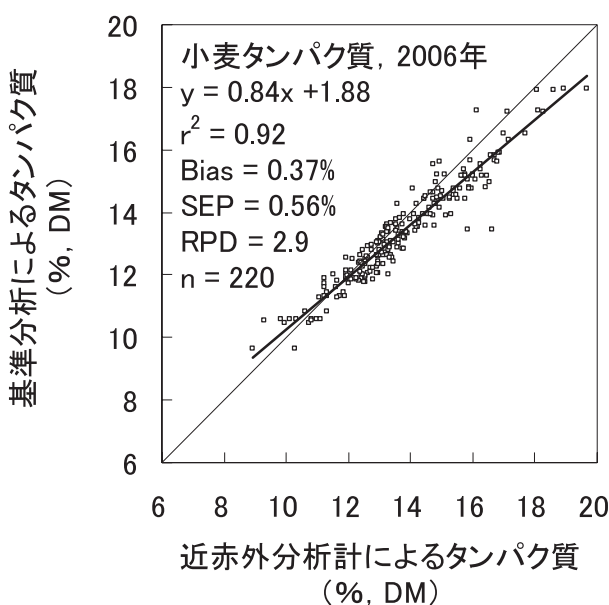


図6 近赤外分析計による小麦タンパク質の測定精度(2006年)

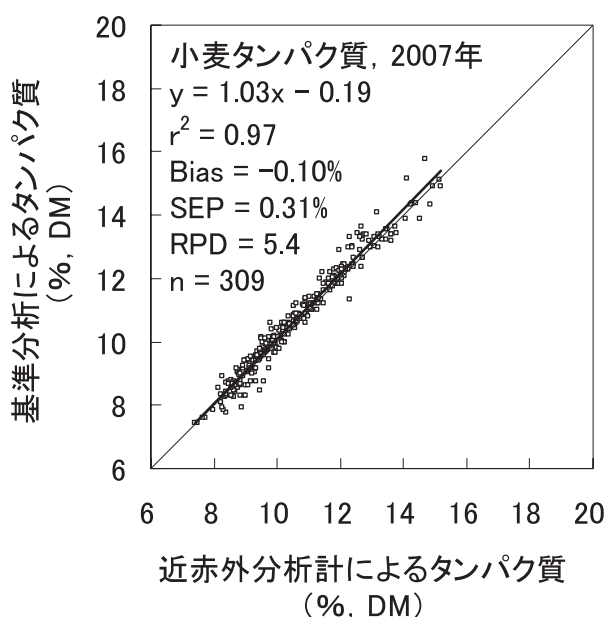


図7 近赤外分析計による小麦水分の測定精度(2007年)

した。すなわち、2006年に比較して2007年は回帰式の x の係数が0.84から1.03へと1に近づき、切片が1.88から-0.19へと小さくなった。同様に、 r^2 が0.92から0.97へと大きくなり、Biasが0.37%から-0.10%へと小さくなり、SEPが0.56%から0.31%へと小さくなり、RPDが2.9から5.4へと大きくなった。Williams (Williams, 2001)によれば、RPDが5.0以上であれば、その検量線は品質管理(Quality control)に使えるGoodな精度であるとされている。したがって小麦タンパク質の測定精度は良いことが確認された。

水分測定の場合と同様に、2006年は過去3年間(2003, 2004, 2005年)のデータから作成した検量線を用いて測定した。2007年は、過去4年間(2003, 2004, 2005, 2006年)のデータから作成した検量線を用いて測定した。このように、検量線作成データの収集年数を増やすことで、より安定した精度の高いロバストなタンパク質の測定が可能となった。

5. 考察

Osborne (Osborne, 1983)は近赤外反射型分析計を用い、イギリス産小麦粉のタンパク質の測定を行い、そのSEPは0.28%であったと報告している。Iwamoto (Iwamoto et al., 1984)は近赤外反射型分析計を用い、2カ年の国産小麦の60%粉の成分の測定精度を検証し、SEPは水分が0.087%と0.131%であり、タンパク質が0.146%と0.179%であったとしている。夏賀ら(夏賀ら, 1992)は北海道産小麦を粉碎し、近赤外反射型分析計で成分測定の検量線を作成しその精度を検証した。その結果、水分のSEPは0.18%以下、タンパク質のSEPは0.17%以下としている。これらの報告に比較して、本研究の結果はいずれもSEPが大きく測定精度が悪かった。その理由は上記報告の試料はいずれも乾燥した小麦を粉碎した小麦粉であり、一方、本研究の試料は小麦粒であり、水分は高水分から低水分まで変動が大きく測定対象試料が不均質であるために精度が悪かったものと思われる。

夏賀ら(夏賀ら, 2001)は近赤外透過型全粒分析計を用いて、北海道産小麦ホクシンについて荷受時の生小麦や乾燥後の小麦を対象に実験を行い、全試料の2/3で検量線を作成し残りの1/3でその精度を検証した。その結果、水分のSEPは1.55%であり、タンパク質のSEPは0.25%と報告している。この報告に比較して、本研究の測定精度は水分では良く、タンパク質では悪かった。

本研究で検証した小麦の水分とタンパク質の測定精度は、北海道の小麦生産現場(小麦共同乾燥調製施設)における測定精度である。すなわち、供試試料は北海道各地から収集した多品種の小麦であり、測定対象は荷受時の生小麦や乾燥後の小麦が含まれており、使用した検量線は測定した年以前の生産年の小麦データから作成したものである。本研究で検証した測定精度は、過去の研究

例に比較して、SEPでは劣る場合が多かった。しかし、測定対象試料の水分やタンパク質の標準偏差(SD)とSEPの比($SD/SEP=RPD$)が十分に大きく、共乾施設の現場における高い測定精度を示しているものと考えられる。

近赤外分光法による農産物の成分測定では、分析計の定期的な測定精度の検証と、必要に応じた検量線の更新(新たな生産年のデータを追加して検量線を作り直す)ことが高い測定精度(ロバスト性を)を維持するために重要である。

Ⅳ 摘 要

近赤外分析計による小麦の水分とタンパク質の測定精度を検証することを目的に試験を行った。その結果、以下のことが分かった。

- 1) 小麦の水分とタンパク質の測定において、2006年に比較して2007年の精度が向上した。
- 2) 北海道の小麦生産現場(小麦共同乾燥調製施設)における水分とタンパク質の測定は高い精度である。
- 3) 近赤外分析計の安定した高い測定精度を(ロバスト性を)維持するために、定期的な測定精度の検証と必要に応じた検量線の更新が重要である。

謝 辞

本研究を行うにあたり、北海道農業施設協議会および(株)静岡製機の協力を得た。2006年の実験は、当時、食品加工工学研究室4年生の山口拓也さんが卒業論文研究として行った。また、きたほなみの入手では北見農業試験場の協力を得た。ここに記して関係各位に謝意を表す。

引用文献

- 岩元陸夫, 1980. 近赤外分光法による食品成分の非破壊測定. 日食工誌, 27(9), 46-54.
- Iwamoto, M., Kwang, C. R., Suzuki, T., Uozumi, J., 1984. Near infrared reflectance analysis for determining moisture, protein and ash content in home-grown wheat flours, Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi, 31(1), 50-53.
- 岩元陸夫, 魚住純, 1985. 近赤外分光法による食品の非破壊品質測定—最近の動向—日食工誌. 32(9), 71-81.
- 岩元陸夫, 1986. 近赤外分光法, 農林水産技術研究ジャーナル. 9(4), 29-34.
- 岩元陸夫, 河野澄夫, 魚住純, 1994. 近赤外分光法入門. 幸書房, 東京, ISBN4-7821-0127-9C3058.
- Kawamura, S., Natsuga, M., Itoh, K., 1999. Determination of undried rough rice constituent content using near-infrared transmission spectroscopy. Trans. ASAE, 42(3), 813-818.
- Kawamura, S., Natsuga, M., Takekura, K., Itoh, K., 2003. Development of an automatic rice-quality in-

spection system. Computers and electronics in agriculture, Elsevier, 40, 115-126.

夏賀元康, 川村周三, 伊藤和彦, 1992, 近赤外分光法による穀物成分測定の精度(第1報), 農機誌, 54(1), 89-96.

夏賀元康, 川村周三, 伊藤和彦, 2001, 近赤外分光法による高水分小麦の品質測定, 農機誌, 63(1), 93-99.

Osborne, B. G., 1983, Investigation of the performance of an improved calibration for the determination of protein in UK home-grown wheat by near infrared reflectance analysis, J. Sci. Food Agriculture, 34, 1441-1443.

尾崎幸洋, 河田聡 編, 1996. 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, ISBN4-7622-9823-9.

玉城勝彦, 2008. 荷受け時小麦品質迅速計測技術の開発. 農機誌, 70(1), 13-15.

Williams, P. C., 2001. Near-Infrared Technology: in the Agricultural and Food Industries (Second Edition). Ed. by Williams P. C., Norris K., American Association of Cereal Chemists, St. Paul, Minnesota, 145-169.

山下律也, 1976. 「穀物の含水率測定方法基準」についての提案. 農機誌, 37(3), 445-451.