



取材報告

(株)サナス社: デンプン懸濁液中の微量蛋白質含量の迅速測定について

開発の経緯をお聞かせください。

(株)サナスは、海外から輸入したトウモロコシや国産のサツマイモを原料にした澱粉・糖化一貫メーカーであり、コーンスターチや甘藷澱粉、水飴、ぶどう糖、異性化糖といった澱粉糖化製品の製造を行っています。コーンスターチの製造工程において最終的に得られるデンプン懸濁液には、精製残渣として微量に蛋白質が含有されています。この含量が高いとデンプンの品質(精製度)が低下するため、ケルダール法で蛋白質を分析していますが、分析時間が長く迅速な工程管理には向いていませんでした。そこで、カワノ事務所 河野澄夫氏の技術指導の下、インタラクタンス方式の近赤外分光法を用いたデンプン懸濁液中の微量蛋白質含有量の迅速測定法の開発を行いました。

測定試料はどのように準備されましたか？

デンプン懸濁液は、製造工程から蛋白質含有量の高いもの、低いものを、1日当たり1検体ずつ抜き取り、合計50検体供試しました。



ポリプロピレン製容器
容量: 500mL, 直径75mm

スペクトル測定はどのように行いましたか？

測定には、オプトメカトロ社製モバイル近赤外分析計 M011-02 を使用しました。スペクトルの測定条件は以下の通りです。



スペクトル測定条件	横測定	縦測定
露光時間 for reference	130 msec	130 msec
露光時間 for sample	200 msec	260 msec
積算回数	12回	12回
アンプゲイン	Low	Low
スムージング	24 nm	24 nm

測定の様子

測定前に振盪し
1試料につき5回測定した。



装置の測定端面は、2カ所に赤外ランプが配置された平らな形状であったため、円柱状ボトルとの接面の隙間の違いによるスペクトルへの影響があると考えられましたので、ランプの向きをボトルに対して横・縦にした2通りのスペクトルを採取しました。

化学分析はどのように行いましたか？

試料50点をセミマイクロケルダール法(アクタック製分解装置、自動蒸留滴定装置)により試料量2gを420℃で1時間分解し、得られた窒素量を蛋白換算(窒素係数6.25)して粗蛋白値としました。(Table 1)

Table 1 Characteristics of protein content of calibration set.

Items	No. of sample	Range	Mean value	Std.dev.	Units used
Calibration	50	0.12 - 0.49	0.32	0.082	% d.b.

スペクトル解析はどのように行いましたか？

スペクトル解析には Unscrambler 9.2 を用いて、PLS 回帰により検量モデルの作成を行いました。検体数が少なかったため Full cross-validation を採用しました。

どんな結果が得られましたか？

① インタラクタンス法により、デンプン混濁液の良好なスペクトルが測定できました。(Fig.1)

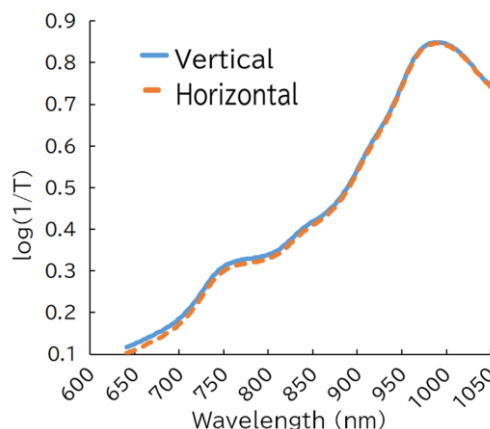


Fig.1 Average spectrum of starch suspension.

② 容器縦方向及び横方向の測定では、縦方向測定の方が横方向の測定より良好でした。(Table 2)

Table 2 Result of PLS regression for determining protein content in starch suspension (wavelength : 650-950nm).

		F	R ²	SEC	SECV*	Bias
Vertical	Av1	5	0.93	0.022	0.026	0.000
	Av2	5	0.93	0.021	0.025	0.000
	Av3	5	0.93	0.022	0.026	0.000
	Av5	5	0.91	0.024	0.028	0.000
	Av1	5	0.88	0.028	0.035	0.000
Horizontal	Av2	5	0.88	0.028	0.035	0.000
	Av3	5	0.89	0.027	0.034	0.000
	Av5	5	0.89	0.027	0.034	0.000

*SECV : Standard error of cross validation

③ 測定した複数のスペクトルの平均化処理は、必ずしも有効ではありませんでした。(Table2)

④ 容器縦方向の測定の場合、1回の測定で得られるスペクトルを用いて作成した検量モデルは十分な測定精度を有していると判断しました。(Fig.2)

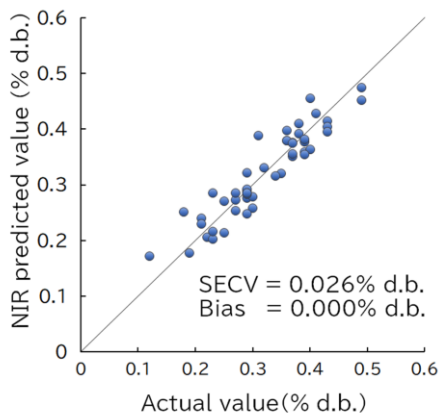


Fig.2 Relation between NIR predicted and actual values of protein content in starch suspension.

⑤ 開発した検量モデルの回帰係数は、デンプンの吸収バンド近傍の908nmで負のピークを示し、当該蛋白質測定用検量モデルはデンプン含量との逆相関を利用している可能性が示唆されます。(Fig.3)

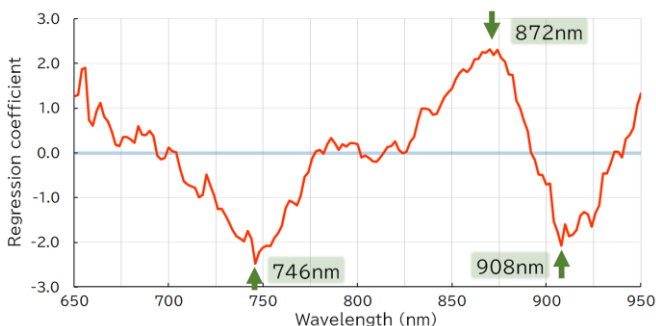


Fig.3 Regression coefficient plot for PLS model of vertical Av1.

結論と課題は何ですか？

ポリプロピレンの容器に入れたデンプン懸濁液のスペクトルを容器ごと縦方向にインタラクタンス方式で測定することにより、デンプン懸濁液の蛋白質含量を高精度に測定できることが明らかになりました。最終的な測定精度の確認と実運用を開始するために試料数を増やした試験を進めています。

今後の展開はどうお考えですか？

今回開発した近赤外での粗蛋白測定法について、精度の高い検量モデル作成と同法の製造工程での活用を進めていくこと、またその他の製品への装置活用のための調査を進めることとしています。

謝辞

本取材を快諾いただき、資料のご提供をいただいた株式会社サナスの有馬光教氏、藤嶋亮氏、吉永一浩氏、およびカワノ事務所の河野澄夫氏に謝意を表します。

参考文献

本アプリケーションノートは、第39回近赤外線フォーラム(2023年11月14日~16日、於東京大学弥生会館)にて発表された下記の文献を引用しました。

【インタラクタンス方式の携帯型近赤外装置によるデンプン懸濁液中の微量蛋白質含量の迅速測定】

有馬光教¹、藤嶋亮¹、吉永一浩¹、河野澄夫²
¹株式会社サナス、²カワノ事務所

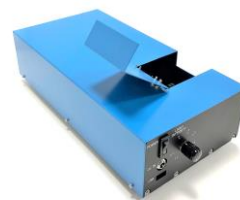
関連製品

関連製品として、粉体、固体、生体組織、液体、フィルムなどの異なる形態の試料に対応可能なポータブル近赤外分析器の提供が可能です。

反射型



透過型



下記のような応用事例があります。

- プラスチックの種類や劣化の判定
- アルコールや水の成分解析
- 小麦や大豆、米の主要成分の定量
- 果実の糖度・内部欠陥・熟度の非破壊評価
- チョコレートやバター製造ラインでの成分の評価
- コーヒーや緑茶の品質評価
- 漢方生薬の効能成分の定量 など

測定方法やデータ解析など、何なりと弊社までお問い合わせください。