

(様式第4号)

**実施課題名** 蛍光X線分析による茶葉中の無機元素の測定 (I)  
**The inorganic elemental measurement in a tea leaf by the fluorescence X-rays analysis**

著者氏名 宮崎秀雄・明石真幸・石橋弘道

**Hideo Miyazaki, Sadayuki Akaishi and Hiromichi Ishibashi**

著者所属 佐賀県茶業試験場

**Saga Tea Experiment Station**

※長期利用課題は、実施課題名の末尾に期を表す (I)、(II)、(III) を追記すること。

## 1. 概要

永年作物である「茶」を用いて、シンクロトロン光利用による産地判別の可能性について検討した。本実験では、蛍光X線分析の測定条件による分析感度の比較を行った。

### (English)

The possibility of the quality evaluation by the synchrotron light use was examined by using "Cha" that was perennial crops. In this research, the analysis sensitivity was compared according to the measurement condition of the fluorescent X-ray analysis.

## 2. 背景と研究目的:

<背景と目的>

<目的>シンクロトロン光は高輝度且つ幅広いスペクトルを持ち、測定手法が確立できれば対象物の成分等を迅速且つ詳細に分析可能であることから、今後農産物並びに食品の評価手法としての活用が期待できる。茶品質の評価では近赤外分光分析法が利用されつつあるものの十分とはいえ、人間の官能に依存している現状である。本研究では、シンクロトロン光の特性を活用して茶等の農産物の新しい評価技術開発を目指す。

その一つの分析方法として、蛍光X線分析を行う。蛍光X線分析は、化学分析よりも安全かつ迅速に分析が可能であることから、多数のサンプルを精度良く分析し、茶の産地判別技術の確立、また、元素レベルでの品質評価技術の確立を目指す。

## 3. 実験内容 (試料、実験方法の説明)

分析には、九州茶品評会の出品茶 (H21 年度産、蒸し製玉緑茶および普通煎茶、品種は「やぶきた」) をサイクロンミル (UDY) で粉砕し供試した。

### 試験 1. シンクロトロン放射光を利用した蛍光X線分析と ICP-AES 法の比較

SAGA-LSビームライン (BL11、BL15) において、荒茶サンプル200mgを精秤した後、錠剤成形器 (日本分光) を用いて錠剤化した試料に、シンクロトロン放射光 (入射X線強度18keVまたは12keV) を300秒間照射し、発生する蛍光X線をSiマルチカソードX線検出器で検出しスペクトルを得た。このスペクトルから元素を特定し、ピーク面積を求めた。

## 試験 2. ICP-AES 法との比較によるシンクロトロン放射光の分析感度について

粉碎試料 500mg を精秤し、マイクロ波分解装置 (Multiwave3000) で酸分解後、200°Cホットプレート上で乾固させ、定容。その後 ICP-AES 装置 (Optima4300D) で無機元素を定量し、蛍光 X 線分析との比較を行った (n=9)。

## 試験 3. 茶抽出物および土壌抽出物の測定

茶サンプルについては熱湯で抽出し、土壌サンプルについては蒸留水で抽出を行った。抽出液をウルトラキャリアー (RIGAKU) に 500  $\mu$ l 点滴し、乾燥後、蛍光 X 線分析を行った。

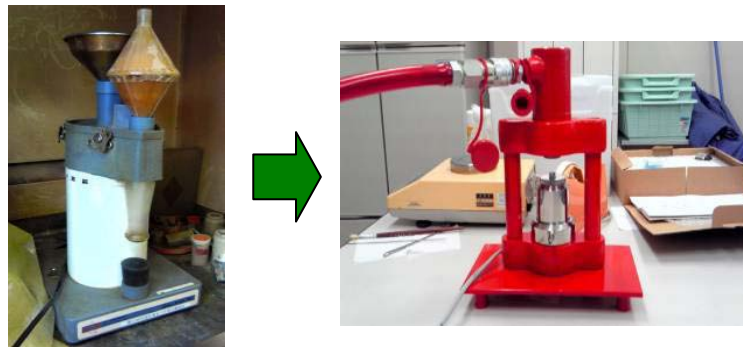


図1 試料作成方法

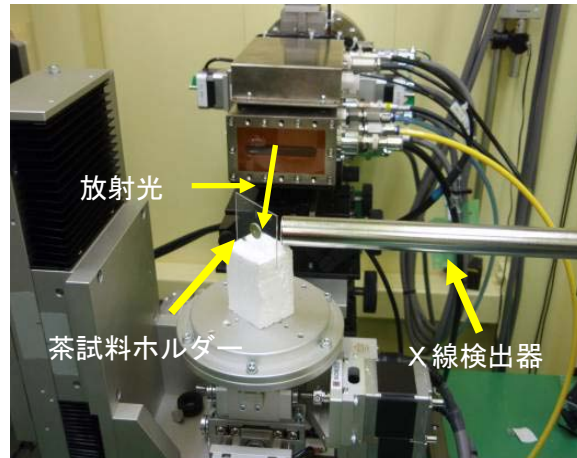


図2 蛍光X線分析の様子

## 4. 実験結果と考察

結果 1. それぞれの荒茶サンプルにおいて、蛍光 X 線を検出した結果、入射 X 線強度 12keV で測定した際は 7 元素 (K、Ca、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn)、18keV で測定した際は 12keV 測定時に検出された元素に加え、3 元素 (Br、Rb、Sr) が新たに検出できた (図 1)。

また、同一サンプルにおいて入射 X 線強度を 12keV または 18keV として測定結果を比較すると、12keV 測定時でピーク強度が高く、分析感度も高かった (図 2 ; K、Fe、Ni のみ記載)。

結果 2. 蛍光 X 線分析と ICP-AES 分析結果の比較 (Br 除く) から、各元素の分析値の相関は Ni で最も高く (寄与率 0.99)、次に Mn、Zn、Rb、Cu、Ca、Sr、Fe の順となり、最も低かったのは K (寄与率 0.17) であった (図 3)。

以上の結果から、シンクロtron光を利用した蛍光 X 線分析は、入射 X 線強度 18keV で測定することによって K から Sr までの 10 元素について分析が可能であったが、K から Zn の 7 元素については 12keV で測定することで、より高感度に分析することができた。今後は、これら条件下で測定を行う事とし、放射光蛍光 X 線分析を利用した産地判別・品質評価技術への応用を試みる。

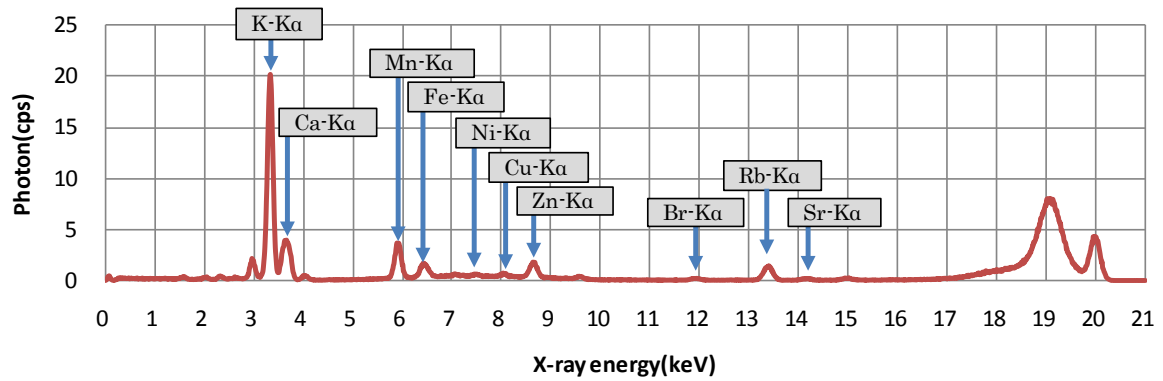


図 1 放射光を利用した蛍光 X 線分析で得られたスペクトル (X 線強度 18keV)

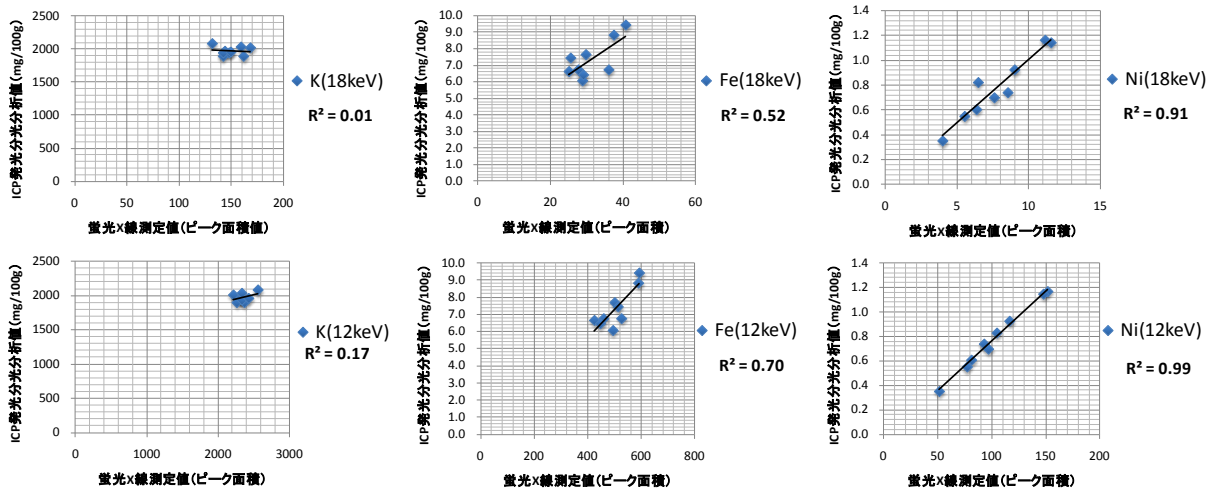
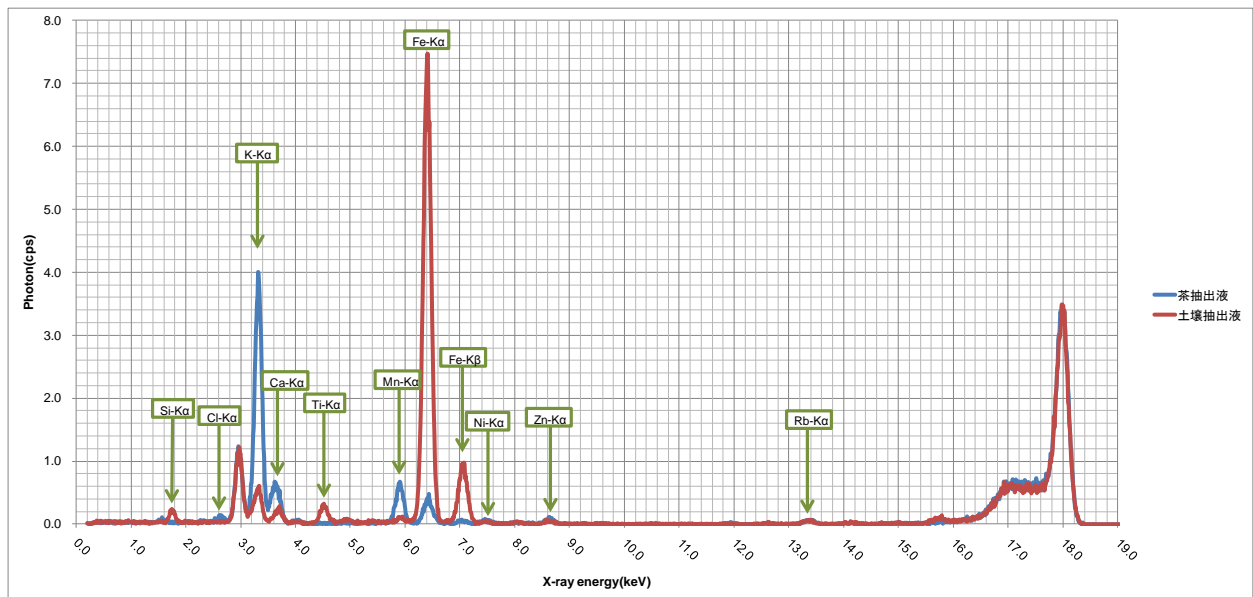


図 2 入射 X 線強度 18keV および 12keV 時の分析感度比較 (K、Fe、Ni)

結果 3. 茶抽出物および土壌抽出物を測定した結果、茶抽出物については、荒茶錠剤化サンプルと同様の元素が確認でき、土壌抽出物については、Si などの、土壌特有の元素を確認できた（下図）。

それぞれ、得られたピーク面積が小さく、ろ紙への滴下量や、入射 X 線エネルギーの調整などを行い、検出感度を高める必要がある。



## 5. 今後の課題：

シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析は、入射 X 線強度 18keV で測定することによって K から Sr までの 10 元素について分析が可能であったが、K から Zn の 7 元素については 12keV で測定することで、より高感度に分析することができた。今後は、これら条件下で測定を行う事とし、放射光蛍光 X 線分析を利用した産地判別・品質評価技術への応用を試みる。

また、茶および土壌抽出物の測定については、今回、試験的に測定を行い、いくつかの元素のピークを得ることができた。今後、抽出条件、測定条件の検討を行い、定量分析が可能であるか検討する。

元素の定量分析（密度計算）の為に、試料の吸収マトリクスを分析手法毎に測定する必要がある為、試料（錠剤、マイクロキャリ、ろ紙）について対象元素の吸収マトリクス測定を行う必要がある。

## 6. 論文発表状況・特許状況

## 7. 参考文献

- [1] 明石ら：茶業研究報告,108（別）.134~135.2009
- [2] 宮崎ら：日本食品科学工学会西日本支部等合同学会要旨集,81.2009

## 8. キーワード（試料及び実験方法を特定する用語を 2～3）

- ・ 蛍光 X 線分析
- ・ 茶
- ・ 永年生植物