

(様式第4号)

実施課題名 蛍光 X 線分析による茶葉中無機元素の測定 (Ⅲ)
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>

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ず、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)

産地及び官能審査品質等の異なる茶を粉体化後、錠剤成型器を用いて錠剤化したものを、シンクロトロン光 (BL15) により蛍光 X 線分析を行った。また、ろ紙、マイクロキャリア (RIGAKU) に吸着させた、茶および土壌抽出物についても測定を行った。

分析はこれまでの実験で検出した K、Ca、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Rb、Sr 元素を中心に解析を行った。サンプル形態 (錠剤、ろ紙、ウルトラキャリア) に適した機器の調整、また、精度向上の為、これまでの実験結果をもとに機器の調整を再度検討 (X 線強度の調整、検出器の調整等) した。

入射 X 線エネルギーは 18keV とし、蛍光 X 線分析を行った (図 1)。

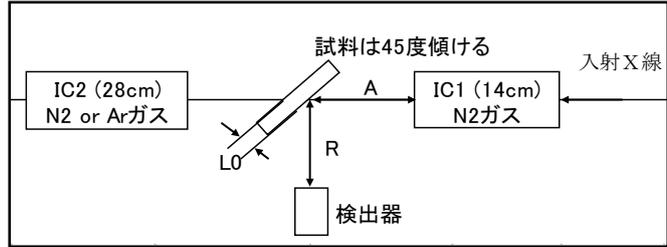
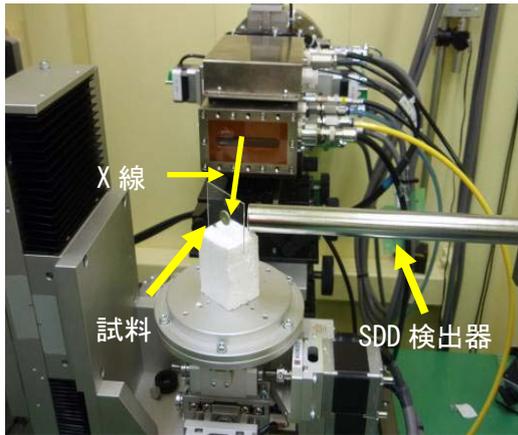


図1 蛍光 X 線分析の様子

- ・検出器との距離は 1.5cm、Exp スリットサイズは H1mm×W4mm とする。
- ・IC1 出口と試料との距離は 15cm とする。
- ・入射 X 線強度は Rb、Sr 測定でのみ 18keV とし、その他の元素を解析する場合は、12keV 以下の設定とする。
- ・サンプルは茶のペレット、または、茶および土壌抽出物を吸着させた、ろ紙・ウルトラキャリア（薄膜）である。
- ・測定は上記写真のように試料ホルダーにセットし行う。
- ・測定する元素は、K、Ca、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Rb および Sr とする。
- ・測定時間は 1 サンプルあたり 300 秒とする。
- ・1 サンプルあたり、試料の交換時間を含めて、約 5 分程度である。
- ・軽元素の分析には真空中での分析が望ましい。

4. 実験結果と考察

試料（成葉および荒茶）の蛍光 X 線分析（入射 X 線強度 18keV）について、これまでの分析では、製茶後の荒茶についてのみ分析を行ってきたが、今回の試験では、同一圃場から採取した成葉についても分析を行った（N=23）（図2）。



図2 供試試料（左図：荒茶 中図：茶園 右図：成葉）

結果 1. 得られた蛍光 X 線スペクトル

成葉および荒茶ともに、K、Ca、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Rb、Sr の元素を検出した。しかし、得られたスペクトル強度は異なった（図3）。

蛍光X線スペクトル(成葉および荒茶)

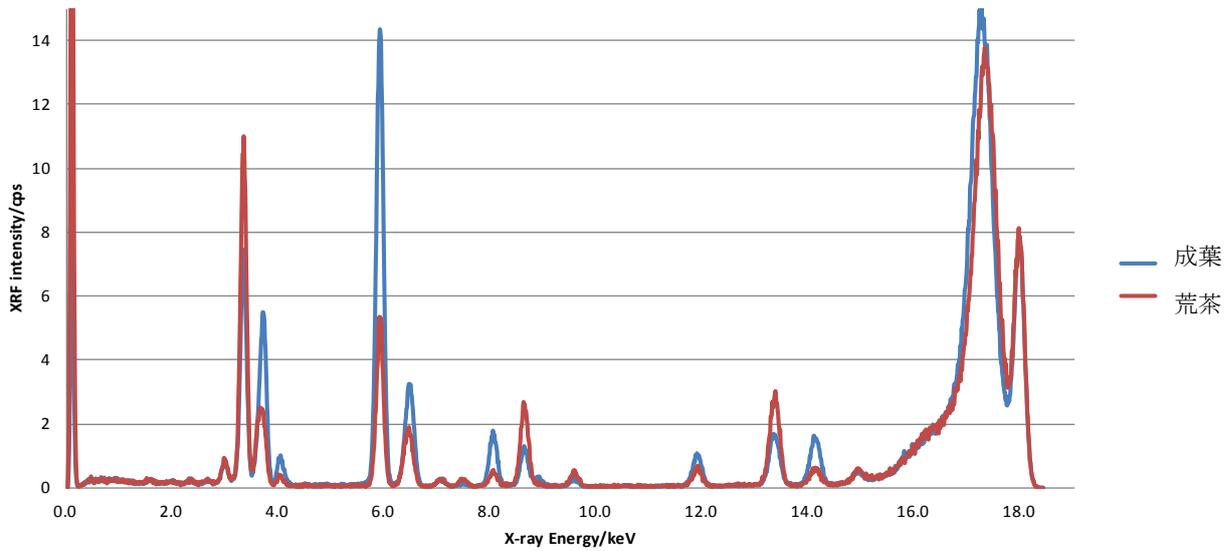


図3 得られた蛍光 X 線スペクトル (入射 X 線強度 18keV)

結果 2. 蛍光 X 線分析値 (X 線強度) と ICP-AES 分析値 (ppm) の関係

検出した K から Sr の 9 元素に関して ICP-AES 分析を行い、分析値を比較した。最も相関係数が最も高かった元素は Cu で $R^2=0.99$ 、最も低かった元素は Fe で $R^2=0.11$ であった。Fe を除く 8 元素については $R^2 > 0.88$ と高い相関を示した (図 4)。

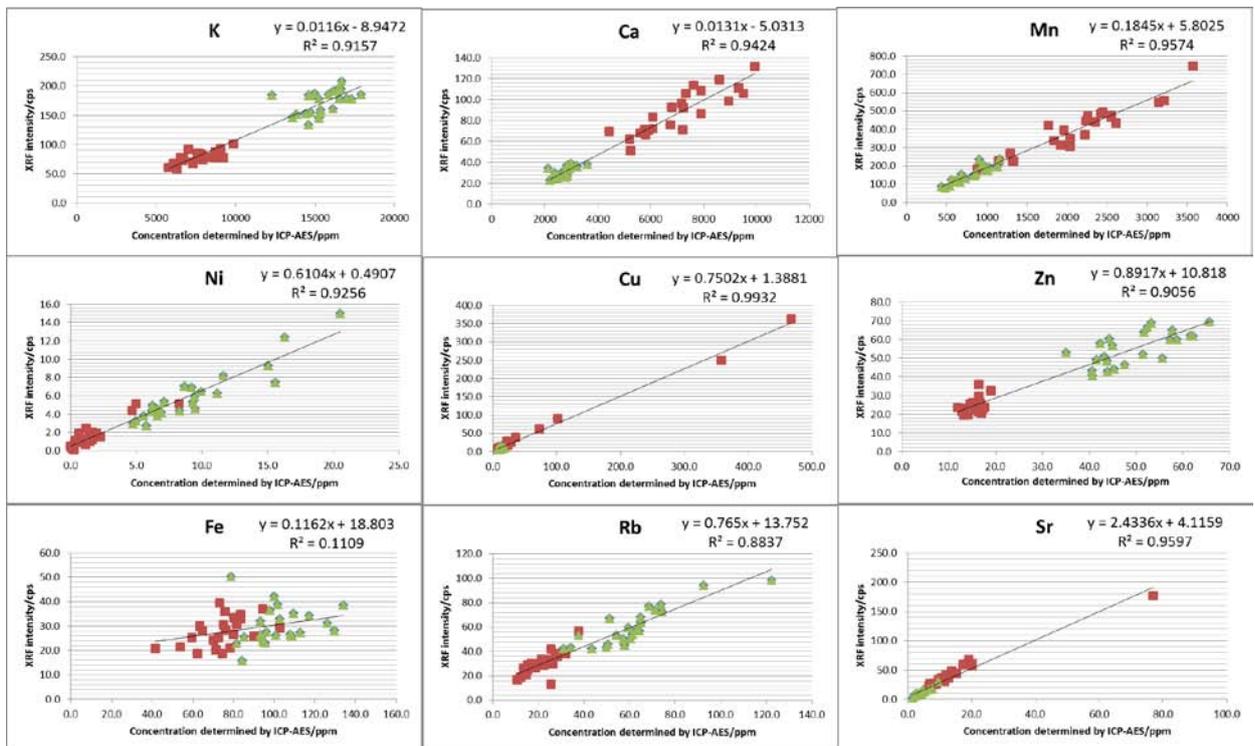


図4 蛍光 X 線分析値 (X 線強度) と ICP-AES 分析値 (ppm) の比較 (■: 成葉 ▲: 荒茶)

結果 3. 成葉および荒茶中の無機元素含有量の関係

成葉と荒茶の無機含有量は元素ごとに傾向が異なり、Ca、Mn、Cu および Sr については成葉中、K、Ni、Zn および Rb については荒茶中に多く含まれていた（図4）。

また、元素によって、サンプル間差が大きい、含有量が極端に異なる等の試料が見受けられ、Ca、Mn は成葉中で、Ni、Zn、Rb は荒茶中でサンプル間差が大きかった。さらに Cu、Sr では極端に含有量が異なるサンプルが存在した。農薬散布直後の成葉であったことなどが推測されるが、今後の検討事項とする。

5. 今後の課題：

シンクロトロン光を利用した茶の蛍光 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 9 元素について分析が可能であった。

今回、試料としてウルトラキャリアー、または、ろ紙へ吸着させた茶および土壌抽出物の分析も合わせて分析を試みたが、検出したピーク強度が低く、解析をするには至らなかった。今後、前処理としての抽出法の検討を行う。また、分析時の機器条件についても検討する必要がある。

シンクロトロン放射光による蛍光 X 線分析を利用した産地判別および品質評価については、今回の成葉および荒茶の分析に加え、圃場の土壌分析を行うことで、無機元素の動態や樹勢および品質との関係性を調査する。

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,110（別）.50~51.2010
- [2] 宮崎ら：茶業研究報告,110（別）.52~53.2010
- [3] 明石ら：茶業研究報告,108（別）.134~135.2009
- [4] 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