

(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かつ詳細に分析可能であることから、今後、農産物ならびに食品の評価手法としての活用が期待できる。一方で、緑茶においては品質の客観的かつ迅速な評価手法として、近赤外分光分析法の利用によるアミノ酸含有率の測定が行われているが十分とは言えず、人間の官能に依存する部分が多いのが現状である。

茶の産地判別技術においては、湿式灰化分析である ICP 分析法を用いた茶葉中および土壌中の無機元素の関係性を調査され、土壌の違いによる茶葉中無機元素組成の違いが確認されている¹⁾。また、製茶工程別、葉位別の無機元素含有量についても調査がなされ、産地判別において製茶工程別、葉位別の無機元素の重要性が示唆されている²⁾。

本研究ではシンクロトロン光の特性を活用して新しい評価技術を開発することにより、農産物(茶)の高品質化ならびに流通面での高付加価値化に資する。

その一つとして、シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析を行う。これまで行われてきた湿式灰化分析と比較すると、試料の前処理において劇物等の薬品使用がない為、分析従事者にとって安全に処理することができ、また、環境負荷の軽減が図られる。また、分析に要する時間も大幅に削減することが可能となり、短時間に数多くの試料を分析することができる。

これらのメリットを活かし、蛍光 X 線分析による茶および土壌の無機元素組成解析によって産地判別や品質評価技術への応用を図る為、各種分析手法との関連性を調査するとともに、シンクロトロン光を用いた分析手法の特徴を調査する。

- 1) 茶葉中無機元素組成による土壌の母材ごとの産地判別(茶研報,103:51~60,2007)
- 2) 煎茶製造工程別および葉位別無機元素含有量の変化(茶研報,99:31~36,2005)

3. 実験内容 (試料、実験方法の説明)

試料および実験方法：シンクロトロン放射光を利用した蛍光 X 線分析法

試料の調整は、加圧粉末ペレット法により行った。荒茶 300mg を精秤した後、錠剤成形器（日本分光）を用いて錠剤化（3 分／サンプル）し、測定に供試した。測定は、SAGA-LS ビームライン (BL07) において、シンクロトロン放射光（入射 X 線強度 18keV）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（図 1、図 2）。



図 1 分析手順（左図：茶園 中図：ペレット化 右図：測定）

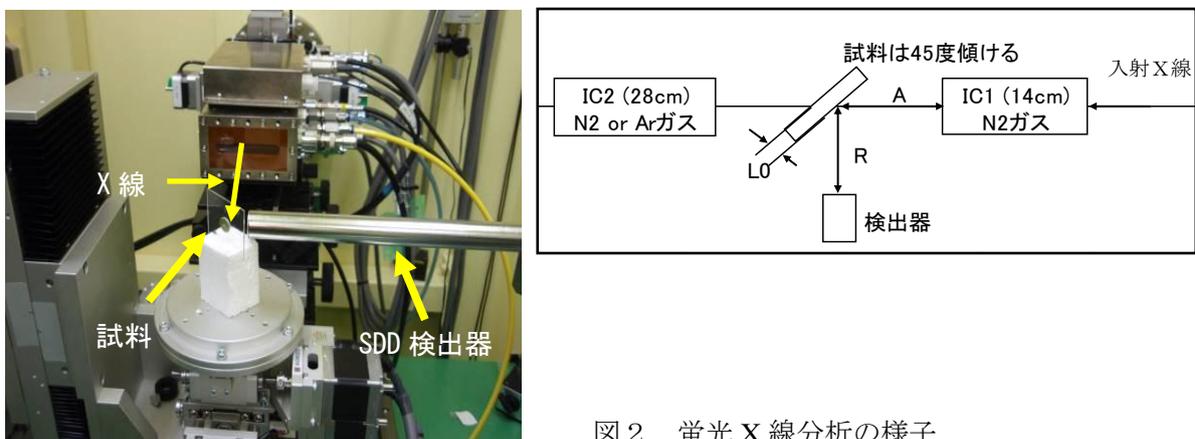


図 2 蛍光 X 線分析の様子

試験 1. シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析と卓上型蛍光 X 線分析の分析値比較

シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析をもとに、現場での迅速な分析を可能にする為、卓上型蛍光 X 線分析装置 EDXL300 (RIGAKU) の利用法についても検討し、シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析結果との分析値について比較した。

試験 2. 蛍光 X 線分析結果を用いた品質評価への応用

蛍光 X 線分析で得られた荒茶の無機元素分析値を用いて主成分分析を行い、官能審査結果ならびに茶成分分析結果との関連性を調査した。

4. 実験結果と考察

結果1. シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析と卓上型蛍光 X 線分析の分析値比較

シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析、入射 X 線強度 18keV において検出した K から Sr の 9 元素に関して分析値を比較した。最も相関係数が最も高かった元素は Sr で $R^2=0.99$ 、最も低かった元素は Fe で $R^2=0.08$ であった (図 3)。Fe については、今後、分析値の補正処理について検討する。

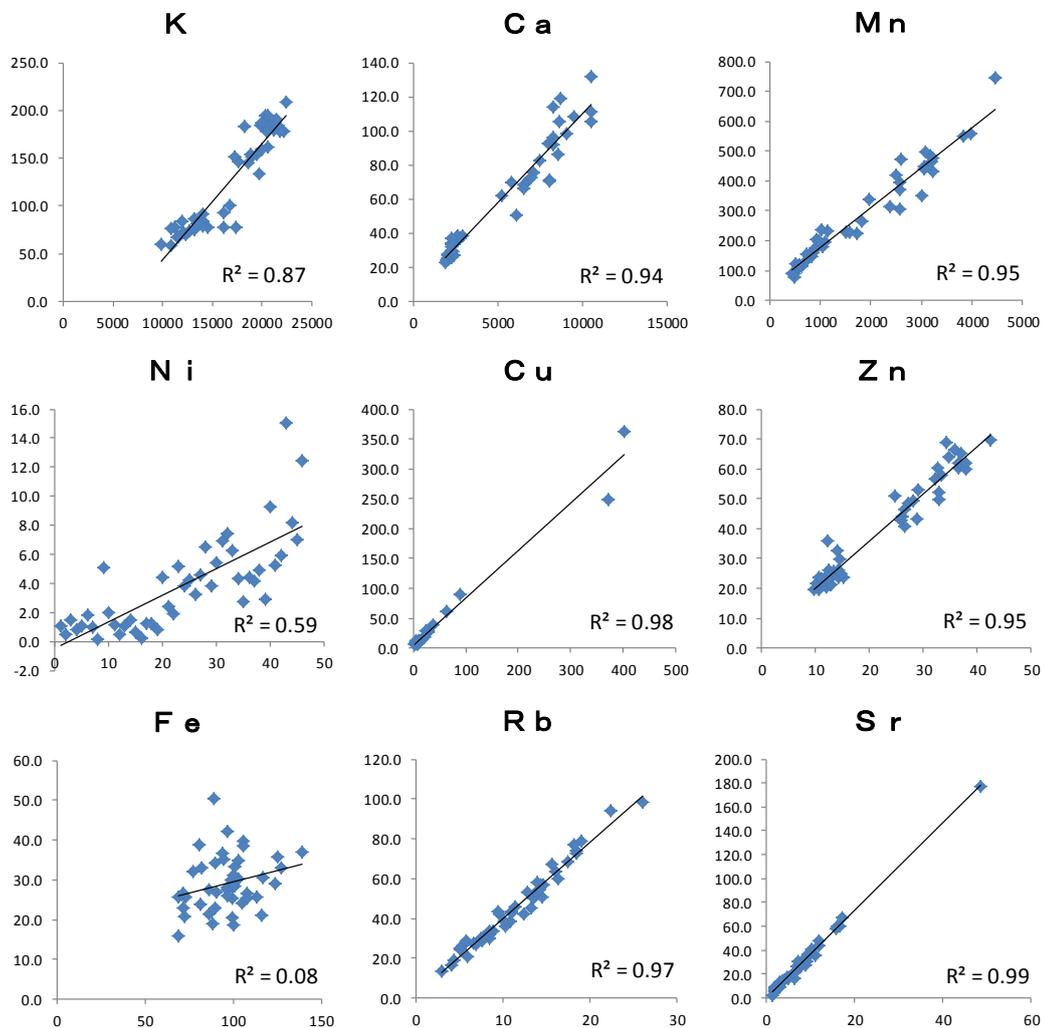


図 3 シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析と卓上型蛍光 X 線分析 (EDXL300) の分析値比較

結果 2. 蛍光 X 線分析結果を用いた品質評価および産地判別技術への応用
無機成分と荒茶官能審査評点との関係

蛍光 X 線分析で得られた荒茶の無機元素分析値を用いて主成分分析を行い、官能審査結果ならびに茶成分分析結果との関連性を調査した結果、第 1 主成分は繊維と有意な正の相関、第 2 主成分は官能審査得点と有意な正の相関があった (図 4)。

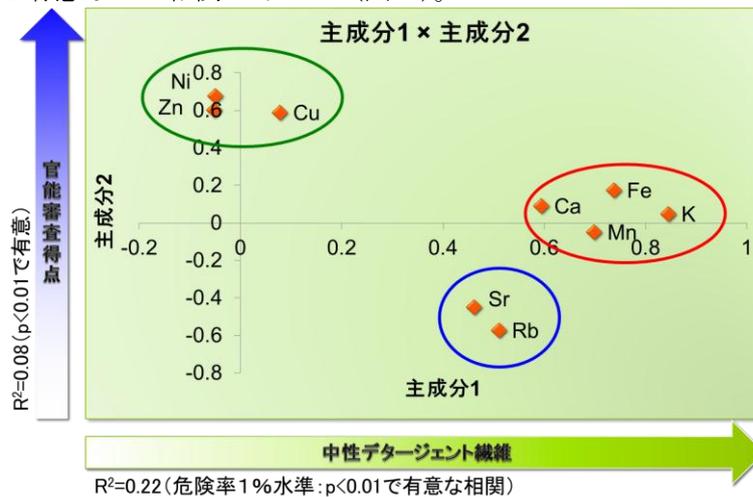


図 4 蛍光 X 線分析で得られた荒茶の無機元素分析値を用いた主成分分析結果

<総括>

- ・ シンクロトロン光を用いた蛍光 X 線分析は、既存の化学分析である ICP-AES 法による無機元素分析との相関が高く、また、短時間で精度良い分析が可能である。
- ・ シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析を基に、現場での迅速な分析を可能にする為、卓上型蛍光 X 線分析装置 EDXL300 (RIGAKU) の利用法についても検討し、シンクロトロン光を利用した蛍光 X 線分析結果と高い相関を確認した。
- ・ 茶の品質および茶成分と無機元素含有量について関連性があることがわかった。

5. 今後の課題：

今回、茶葉中無機元素について解析を行ない、官能審査、成分分析結果との関連性を明らかにした。今後は、簡便かつ迅速な無機元素分析法として、蛍光 X 線分析法の農業・食品分野でのさらなる利用を進めていきたい。また、高品質茶生産技術への応用については、より詳細な茶樹の栄養状態の把握が必要であり、今後は、これまでの茶葉および土壌中無機元素分析を踏まえ、シンクロトロン光を活用して樹体の元素の動態や各器官における元素の分布を把握することで、茶の高品質安定生産に必要な新しい情報を検索する。

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,112 (別) .84~85.2011
- [2] 宮崎ら：茶業研究報告,112 (別) .86~87.2011
- [3] 明石ら：茶業研究報告,110 (別) .50~51.2010
- [4] 宮崎ら：茶業研究報告,110 (別) .52~53.2010
- [5] 明石ら：茶業研究報告,108 (別) .134~135.2009
- [6] 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
- ・ 土壌

