

TL 法における粉末試料の前処理法

等々力節子*1)、後藤典子*2)、宮原 誠*3)

1. はじめに

香辛料のうち最も流通量が多いコショウに熱ルミネッセンス (TL) 法を適用する際、粉末コショウにおいては、測定試料 (鉱物) にデンプンが混入すると、鉱物の発光を妨害したり、有機物の燃焼による疑似発光が起こる可能性がある。また、分析を行うためには、基準線量を再照射して TL 発光を示す十分な量の鉱物を分離することが重要である。本研究では、粉末白コショウにおいて、酵素処理によりデンプンの夾雑を低減し、容易に鉱物が精製できる前処理法について検討した。

2. 実験方法

市販業務用粉末白コショウ (3 種) を食品総合研究所のガンマセルを用い、1 k Gy 照射し 1 週間貯蔵した。TL 測定試料の調製は、粉末コショウを飽和タングステン酸ナトリウム溶液 ($d = 1.7$) に懸濁して超音波処理後、遠心分離 (1000g 2 分) し、この沈降画分を集めてアミラーゼで処理することで混入デンプンを除去した。これをさらに、比重 = 2.0 のポリタングステン酸ナトリウム (SPT) を用いて精製した。この手法と、コショウ粉末を直接、SPT 溶液に加えて鉱物分離を行う通常の方法とを比較した。それぞれの方法で分離した鉱物の重量を測定し、鉱物を TL 装置で測定し発光量 (Glow 1) を求めた後、線を 1 k Gy 照射し、再度発光量 (Glow 2) を測定した。

3. 結果と考察

SPT 溶液に直接粉末コショウを懸濁させる場合、粉末試料を十分に分散させるためには、多量の SPT 溶液を必要とした。そして、SPT 溶液のみを用いる試料調整法では、TL 測定における Glow 1 および Glow 2 の値は小さく、場合によっては、判別不能となる例がみられた。この時の TL 比は、非照射では 0.1 より大きくなった (図 1)。

一方、酵素を用いた前処理法では、全ての試料で明確な Glow 2 発光ピークが観測されその値も大きかった。この場合の TL 比は、非照射試料でおおむね 0.1 を下回り、1 k Gy 照射試料では、0.77 ~ 1.20 の範囲であった。1 k Gy 照射試料の単位試料重量あたりの Glow 1 の発光量は、酵素を用いない試料調製法に比べてはるかに大きく、170 付近に明瞭な発光ピークが観測された。以上から、酵素を用いる試料前処理法では、従来の方法に比べて、純度の高い鉱物試料の調製が可能であった。

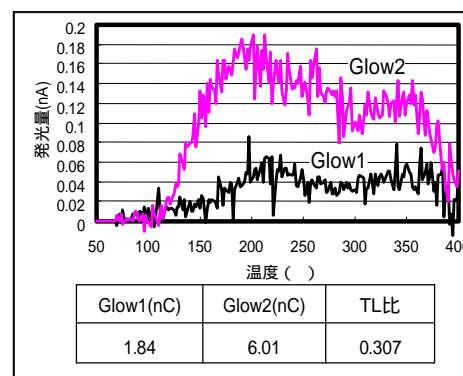


図 1 SPT 溶液のみ(従来法)で調製した試料の TL 測定例(未照射)

4. まとめ

粉末白コショウを飽和タングステン酸ナトリウム溶液に懸濁し、沈降する高比重画分中のデンプンをアミラーゼ消化する方法により、従来法より容易に TL 測定試料中の混入デンプンの除去ができることを確認した。この方法で分離した鉱物は、純度も高く、有機物による疑似発光ピークの出現を抑制出来ることから、判別精度が向上した。

(本研究は平成 17 年度厚生労働科学研究費によるものである。)

*1) (独)農研機構 食品総合研究所、*2) 都立皮革技術センター、

*3) 国立医薬品食品衛生研究所