

(様式第4号)

実施課題名※

コムギ粒断面の X 線蛍光分析による胚乳部位の元素含有率の測定法の開発
Development of the measurement technique of element contents in the endsparm of wheat grain by X-ray fluorometry.

著者氏名

八田浩一・松中仁・久保堅司

Koichi HATTA, Hitoshi MATSUNAKA, Katashi KUBO

著者所属

農業・食品産業 p 総合研究機構

九州沖縄農業研究センター

National Agricultural Research Organization
Kyushu-Okinawa Agricultural Research Center

1. 概要

半切したコムギ種子の種皮表皮部と胚乳部に 0.1mm 幅の X 線を照射し、種子の部位別にその励起光の強度を検出した。励起電圧から、種子表皮部には K, Ca, Mn, Fe, Zn の存在が推定された。表皮から、0.06mm, 0.1mm, 0.2mm 胚乳内側へ照射部位を変えたところ、徐々に蛍光強度の低下が観察された。ただし、回折光の影響も考えられ、得られた蛍光強度が直ちに種子の部位別の元素含有率を反映しているかどうかについては、実験方法を検討するなどの追試が必要であると考えられた。

(English)

Twenty keV X-ray beam line was irradiated to the half cut seed edge and the albumen tissue of common wheat, in order to detect the differences of mineral contents between the two parts of the seed with excited X-ray fluorescence intensity. According to excited energy level, it is estimated the existence of K, Ca, Mn, Fe, Zn in the seed. When the irradiation part were differed from surface of seed to 0.06mm, 0.1mm, 0.2mm inner part of the seed, it was observed that the fluorescence intensity were fade in each energy level evenly. It might reflect of the contents of mineral in each part of seed, or it was possible it just observed the effects of diffraction ray. In order to reveal local existence of mineral in the seed, it may needs much further analysis including another approach of material preparation.

2. 背景と研究目的：

国産小麦の主用途はうどん用であり、うどん用に限れば自給率は60%近くある。しかし、小麦全体の自給率で見れば10%程度であり、国産小麦全体の利用拡大を図るためには、小麦粉の色相の改善が必要であると関係業界から指摘されている。

色相の悪い（白度 L*値が低い）小麦粉の灰分含有率が高い傾向にあることから、様々な元素と小麦粉色相との関連が指摘されてきた。申請者らは元素含有率の変動要因を解析し、個々の元素含有率は、製粉時の小麦種子糊粉層の混入量を反映した結果であり、これらの元素含有率の高低が直接の小麦粉色相変動の原因ではないことを指摘した（八田ら2012）。しかしながら、小麦粉中のどのような成分が小麦粉色相の変動要因となっているのか、依然として不明である。

ミネラルの多くは種子胚乳最外層の糊粉層細胞にフィチン酸塩として蓄積している。製粉時にはこれらのミネラルを含む部位が小麦粉に混入し、小麦粉の白度の低下とミネラル含有率の増加が観察さ

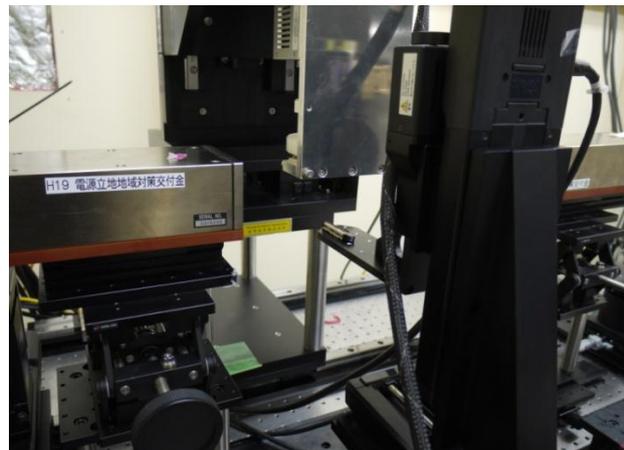
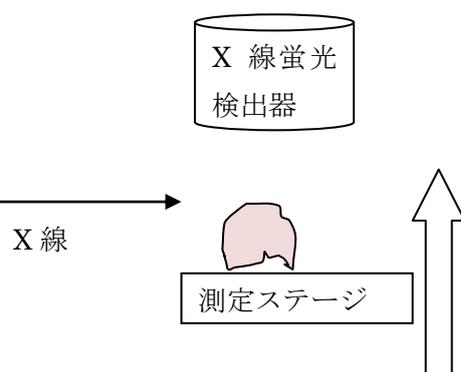
れる。申請者らは各小麦粉の元素含有率に対して行った因子分析から、カルシウムの寄与の高い因子が小麦粉白度と正相関関係のある因子として推定した。しかし、カルシウム含有率と小麦粉色相値L*値との間で、有意な単相関関係は観察されない。そこで以下のように仮説を立てた。カルシウムは糊粉層の他、おそらくは胚乳細胞にも蓄積されており、両者が製粉によって混合されるため、カルシウム含有率と胚乳色との単相関関係が攪乱されていると考えた。本課題では測色対象を小麦粉ではなく胚乳切片に絞り、この白度とカルシウム含有率を直接測定することにより、胚乳の白度とカルシウム含有率の関係を確認することを狙いとしている。

3. 実験内容（試料、実験方法の説明）

小麦種子10粒を樹脂の板に張り付け、およそ半分に削り取ったサンプルを準備した。切断した胚乳面をX線の照射方向に向け測定ステージに配置した。

まず、レーザー光を利用し、おおよそ種子の縁にあうように測定ステージを移動させ、ScanAxis_gui.viを利用し、測定ステージ位置を移動しつつ、種子の後方に素通りしてくる線量を測定し、縦方向のサンプル形状の情報を取得した。

つぎに種子がX線を遮り始める位置に測定ステージを配置し、蛍光を測定した。ビームラインは0.1 mmに絞り、種子表面部と、1細胞サイズと想定される0.03mmずつ測定ステージを上方に移動させた。



第1図. 実験レイアウト(左は模式図、右は写真)

照射はdoseが2000カウントなるまで行なった。およそ、午前中で20分程度、夕刻には60分程度の時間を要した。

実験に用いた試料は2つの品種で、「農林61号：関東以西で数十年にわたり広く作られている品種」と「西海184号：灰分含有率の少ない育成系統」の2品種を用い、各3サンプル、3部位の測定を行った。予定では「きたほなみ：北海道の最新の品種でさらに灰分含有率が低下している」も測定するようになっていたが、実験時間の都合上今回は測定できなかった。

データ解析

得られた蛍光強度データは、ビームラインが種子断面を掠めている面積が異なると考えられた。そこで、これらの条件をそろえるために10eVごとの蛍光強度データをグラフ化し、19keVおよび20keV付近のピーク面積が同程度になるように測定データに調整係数を乗じた。以上の作業をおこなったうえで、グラフを作成し各蛍光のピークとなる励起電圧から元素を推定した。また、ピーク面積を積算し蛍光強度(光子数)を求めた。

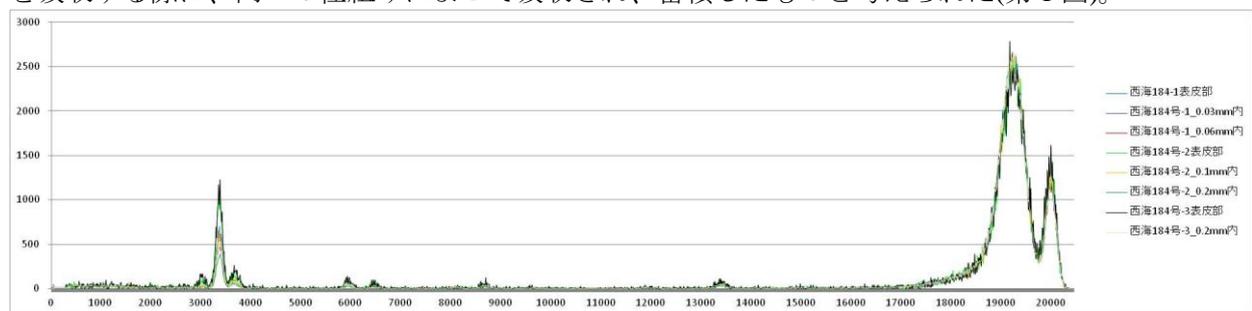
4. 実験結果と考察

1) 検出された元素

2950-3000eV 付近にピークが検出された。特性 X 線励起電圧は Ar の $K\alpha$ が 2957eV, Ag の $L\alpha$ が 2984eV, Pd の $L\beta$ が 2990eV であるが、どの元素も植物では一般的ではなく、現時点では不明である。ただし、そのピーク面積は Ca と同程度で含有率としては数百 ppm と考えられる。

3290-3340eV 付近に大きなピークが得られた。K の励起電圧が 3312eV ($K\alpha$) であるため、このピークは K の存在によると推定した。ピーク面積の積算は 3110-3470eV を積算した。以下同様に 3600-3690eV 付近のピークは Ca と推定された。ピーク面積は 3480-3840eV を積算した。5900eV のピークは Mn と推定し、積算は 5580-6030eV とした。6400eV 付近のピークは Fe と推定し、6150-6620eV の光子数を積算した。8640eV のピークは Zn と推定し、8390-8800eV を積算した。さらに、13340eV にもピークが観察され、Rb と推定した。

今回、検出された元素は、肥料成分である K、微量元素として供給される Ca, Mn, Fe, Zn は植物では一般的な濃度および元素であると考えられた。Rb は土壌中にはあまり多く含まれないが、植物が K を吸収する際に、同一の仕組みによって吸収され、蓄積したものと考えられた(第 1 図)。



第 1 図 粒断面に X 線照射し検出された光子数とその励起電圧

注) 19keV および 20keV のピーク面積がほぼ同じになるように調整したデータによる

2) 品種間での元素含有率(光子数)の比較

表皮部の光子数は「農林 61 号」と「西海 184 号」で同程度か、むしろ、低灰分含有率であるはずの「西海 184 号」の方「農林 61 号」よりも多かった(第 2 図)。ただし、測定点数が限られたため、統計的な比較は行えなかった。

第1表 種子部位による蛍光強度の減衰					
品種	粒番号	元素	表皮部	0.06mm内部	減衰率%
農林61号	4	K	10868	7048	64.9
		Ca	3104	2430	78.3
		Mn	1421	1108	78.0
		Fe	936	765	81.7
		Zn	893	677	75.8
西海184号	1	K	10525	7739	73.5
		Ca	2234	1633	73.1
		Mn	878	697	79.4
		Fe	718	610	85.0
		Zn	775	584	75.4
			表皮部	0.1mm内部	減衰率%
西海184号	2	K	16127	9196	57.0
		Ca	3100	1917	61.8
		Mn	1412	902	63.9
		Fe	1242	763	61.4
		Zn	915	748	81.7
			表皮部	0.2mm内部	減衰率%
西海184号	3	K	16962	8275	48.8
		Ca	4035	1736	43.0
		Mn	1962	945	48.2
		Fe	1141	657	57.6
		Zn	1155	841	72.8

注) 減衰率は (0.06mm内部フォトン数) / (表皮部フォトン数) *100である。

3) 種子部位による元素含有率(フォトン数)の変化

当初、表皮部から 0.03mm 程度移動させる予定であったが、照射部位によって、ビーム幅の一部が表皮部に掛かるなどして、種子部位を移動しても含有率の変化が観察されない粒もあった。しかし、機器に慣れてくるに従い、照射部位を種子中央にセットすることができるようになり、第1表の「西海184号」粒番号2および3のようにデータが安定した。今回は 0.1mm のビームラインを利用したが、この条件では、0.06mm 程度、測定ステージを移動させると、安定して元素含有率(フォトン数)が7割程度に減衰した。また、0.2mm 程度胚乳内部にビームを移動しても、依然 Mn, Fe, Zn が表皮部の50%程度の含有率が観察された。これは、胚乳内部にもこれらの元素が存在するのか、ビームの回折光の影響なのかは今回のデータからでは判断がつかなかった。

5. 今後の課題：

現在の半切粒の断面を測定する方法は、測定に長時間を要することが明らかになった。今回、夜9時の閉所時間まで利用したが、測定部位は19か所、粒数は7粒を測定するのが限度であった。また、照射位置を決めるのが難しく、うまく胚乳部を捉えられていないのか、測定ステージを移動させても、検出されるフォトン数があまり変わらないデータも多かった。このため、品種間差を統計的に算出するためのサンプル数が得られず、さらに実験を積み重ねる必要がある。

しかし、今回の実験で、0.1mm 程度のビームラインでも、0.03mm 測定部位を移動させるだけで蛍光のフォトン数が大きく変わるデータが得られたため(データ略)、極めて限られた細胞層に元素が局在していることを実際に示すデータが得られた。

当初の目的としている、胚乳部のカルシウム含有率の品種間比較には、ビームラインの微細化を待つか、薄く表皮を剥いだサンプルを準備するなどして実験の進め方を再考する必要があると考えた。

6. 論文発表状況・特許状況

現在のところ予定なし

7. 参考文献

八田ら(2012) 小麦粉色相に及ぼす小麦粉中の元素含有率の影響とその変動要因
日本作物学会紀事 81(1)56-63

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

物質を X 線で照射したときに原子の内殻軌道の電子を励起放出し、この空準位に高い準位の電子が移るときに放射される特性 X 線のこと。

・糊粉層細胞

穀物種子胚乳細胞(3n)の最外層の細胞で、通常 1 層からなり、種子の持つほとんどの無機元素を蓄積している。

・フィチン酸

化学名はイノシトール-6-リン酸で、イノシトールが 6 つ環状につながった構造をしており、金属元素を捕集する。穀物種子のリン成分のほとんどはフィチン酸であり、糊粉層細胞に蓄積している。発芽時には種子自身の酵素で分解され、発芽のための栄養源となる。