

PIXE 法によるホタテガイ生殖腺の多元素同時分析

福島 美智子、玉手 英利

石巻専修大学理工学部

〒986-8580 石巻市南境新水戸 1

1 序文

海洋に生息する貝類は、種々の元素を体内に濃縮して蓄積することが知られている。貝類の中でも、食用貝として国内のみならず国外でも広く摂取されるホタテガイを選び、食品中の元素分析という観点から、生殖腺の元素分析を行った。生物試料はナトリウム、カリウム、カルシウム、塩素などをマトリックス元素として高濃度で含むため、共存する微量元素を定量する際には、多くの分析方法においてマトリックス元素から目的元素の分離をする必要がある。さらに、生物体にとっての微量元素の役割を検討すると、数種類の元素間に相補的な働きが見られることがある。これらの点から、マトリックス元素の妨害を受けにくく、多元素同時分析が可能な PIXE 法を用いることにした。

2 実験

2.1 試料

食品分析という観点から、市場で食品として販売されていたホタテガイ生殖腺（加熱済）を用いた。雄の生殖腺 18 個（湿重量 22-55g、以下 M1-18 とする）と雌の生殖腺 9 個（湿重量 24-54g、以下 F1-9 とする）を個別に凍結乾燥し、ミルで粉碎後に 200 メッシュのステンレス製ふるいで分別した。雄 2 個体および雌 1 個体について、200 メッシュ以下および 200 メッシュ以上の粒径の異なる粉末から各々 3 試料を取って分析し、平均値と標準偏差から元素分布の均一性を比較した。また、全試料について 200 メッシュ以上の粒径の粉末を分析試料とした。

2.2 PIXE 分析

試料各 50 mg を PTFE ボンベに入れ、濃硝酸 1ml および原子吸光用インジウム標準溶液（1000ppm）0.1-0.5ml を加え、家庭用電子レンジで 2 分間加熱した。1 分間の冷却後にさらに 2 分間加熱した。冷却後に溶液 5 μ l をバックリングフィルム上におとし、乾燥後に PIXE 用試料とした。

3 結果

3.1 粒子径別粉末試料の元素分布

雄、雌各々の生殖腺中の元素濃度を 200 メッシュ以下と以上の乾燥粉末について得た結果の一部を図 1 および図 2 に示す。

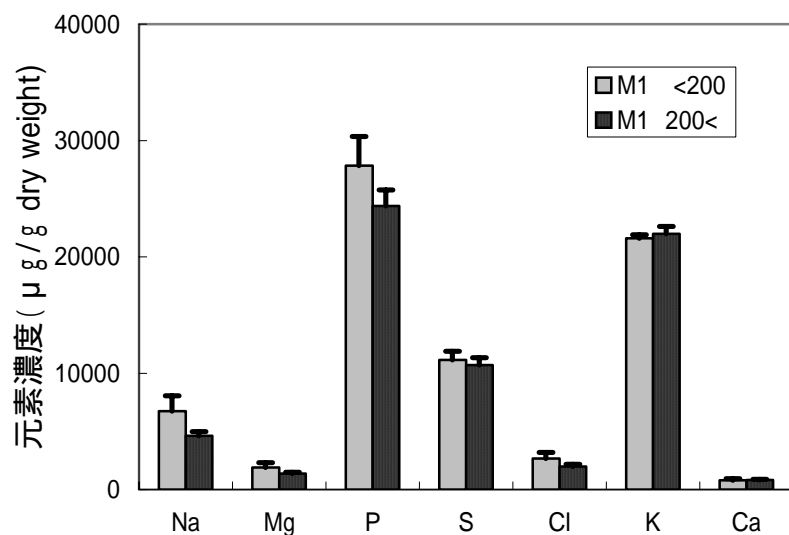


図1 雄の生殖腺の乾燥粉末中の元素分布

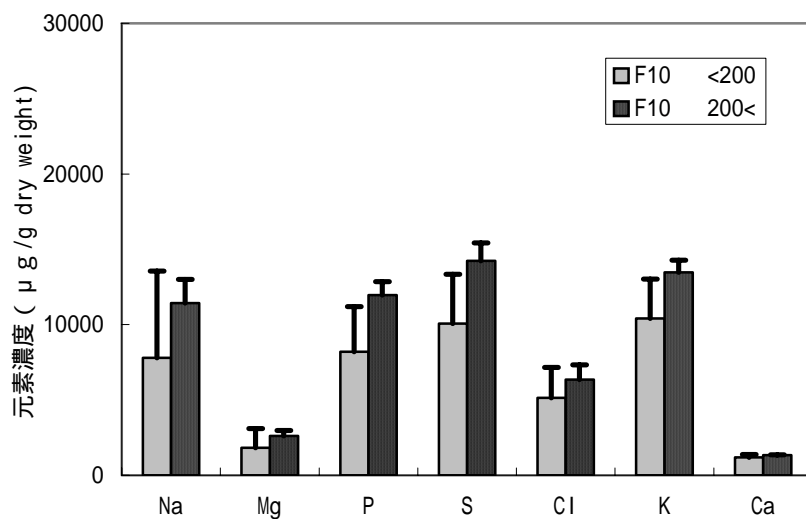


図 2 雌の生殖腺の乾燥粉末の元素分布

M1 および F10 のいずれの粒径の試料についても、図 1 , 2 の分析対象元素に対する測定誤差は約 3 % であった。それに対し、200 メッシュ以下の径の粉末 3 試料の濃度におけるばらつきは 200 メッシュ以上のそれより大きく、相対標準偏差にして 16 - 20% (M1)、16 - 70% (F10) という結果が得られ

た。これより、粉末の粒径によって元素分布の均一性が異なり、粒径が小さいほうが均一性がよいことが明らかになったので、以下の実験では 200 メッシュ以上の粉末を分析試料にした。

3.2 ホタテガイ生殖腺の元素濃度

ホタテガイ生殖腺の乾燥粉末(200 メッシュ以上)を PIXE 分析して得られた結果のうち、微量元素濃度を平均値と標準偏差で表 1 に示す。

表 1 ホタテガイ生殖腺の元素濃度 ($\mu\text{g/g}$ 乾燥重量、平均値 \pm 標準偏差)

元素	平均値 \pm 標準偏差		元素	平均値 \pm 標準偏差	
	雄 (n = 18)	雌 (n = 9)		雄 (n = 18)	雌 (n = 9)
Cr	2.4 \pm 1.8	1.6 \pm 0.4	As	4.9 \pm 1.6	6.1 \pm 1.7
Mn	5.0 \pm 2.2	10.3 \pm 3.3	Se	1.1 \pm 0.7	1.4 \pm 0.4
Fe	149 \pm 79	95.2 \pm 37.3	Br	35.5 \pm 7.5	47.1 \pm 11.5
Ni	2.3 \pm 2.2	4.1 \pm 1.6	Sr	4.8 \pm 2.5	11.7 \pm 5.3
Cu	5.2 \pm 2.8	7.8 \pm 1.6	Sn	130 \pm 348	21.4 \pm 34.0
Zn	73.5 \pm 32.0	144 \pm 35	Pb	17.6 \pm 45.5	9.8 \pm 14.2

得られた結果のうち、Sn の個体差が非常に大きく、またいくつかの個体については非常に高い値を示した。そこで、それらの試料について、さらに中性子放射化分析法で Sn の定量を行った。二法で得られた結果を表 2 に示す。

表 2 PIXE 法と中性子放射化分析法による Sn 濃度の比較 (単位 : $\mu\text{g/g}$ 乾燥重量)

試料	分析方法	
	PIXE	EINAA* (n = 3)
M3	1170	440 \pm 8
M4	156	150 \pm 9
F8	111	96 \pm 11

*エピサーマル中性子放射化分析 3 分間照射、1 分間冷却、10 分間測定。Sn-125m (半減期 9.2 分、332 keV) 使用。

表 2 の結果から明らかなように、試料 M4 と F8 については二法の結果はよく一致した。M3 の結果の相違は、おそらく PIXE 法で用いる内標準物質である In の添加量に起因すると思われる。500ppm 程度の Sn を分析するのに適した In の添加量を用いれば、他の 2 種類の試料と同様に中性子放射化分析の結果と一致する結果が得られると思う。

表 1 の結果について述べたように、ホタテガイ生殖腺中の Sn 濃度の個体差は非常に大きく、しかも全 27 個体中の数個の Sn 濃度は 100-440 ppm と非常に高い値であった。このことより、ホタテガイ

の食品としての安全性を検討するためには、数個の分析では不十分であり、少なくとも 20-30 個体は分析する必要がある、といえる。PIXE 分析は照射試料の準備が容易で短時間で行える事、PIXE 分析も短時間で行えるという特徴を有する。上に述べたように、広範囲の濃度を正確に分析するためには、用いる内標準物質の添加量を検討する必要があるが、個体差の非常に大きい試料の分析に適した方法だといえる。

謝辞

この研究を行うにあたり、試料の準備と PIXE 分析のご指導、ご協力をいただいた日本アイソトープ協会 仁科記念サイクロترونセンター職員および岩手医科大学サイクロترونセンター世良耕一郎博士に感謝いたします。