

A 106 パルスNMRによる不凍水の測定
共立女大家政 ○高田昌子 野口駿 中沢文子

目的 食品中の水の存在状態を自由水と結合水とに分け、低温でも凍結しない不凍水と結合水とすることがある。不凍水の測定には種々の方法が試みられている。ここでは -20°C における不凍水量をパルスNMRを用いて測定する方法を確立しようと試みた。

方法 Praxis社PR-103型パルスNMR装置を用いて、 10.72MHz で 90° パルス後の自由誘導減衰(FID)曲線を測定した。FID曲線はトランジェントメモリに信号を記憶させ、アベレジャーに入れ8~64回の信号を平均化して記録した。固体は減衰の速い信号、液体は減衰の遅い信号としてあらわれる。 90° パルス直後のFID曲線の高さがプロトンの数に比例するので、液体のみの信号を含むFID曲線部分をガウス型曲線で近似し、パルス直後の液体の信号の高さを外挿により求めた。 -20°C における不凍水量は -20°C と 32°C とのFID曲線の液体の信号の高さの比から計算した。温度差による測定感度の補正は -20°C で完全に液体である標準物質により行った。試料は6種の糖の水溶液を用いた。糖水溶液中の糖のプロトンの挙動は D_2O 溶液で確認した。

結果 FID曲線の液体部分はガウス型曲線により高い精度で近似することができた。糖のプロトンは水溶液の水のプロトンとほぼ同様の挙動をすることがわかった。 -20°C における不凍水量は、 $1\text{gH}_2\text{O}/\text{gDM}$ 以上の高含水量では糖 1g 当り $0.7\sim 1.0\text{g}$ 程度で、6種の糖で大きな差はなかった。 $1\text{gH}_2\text{O}/\text{gDM}$ 以下の低含水量ではほとんどすべての水が不凍水として存在することがわかった。この不凍水量はパルスNMRで求めた緩和時間(T_1 , T_2)から計算した結合水量と比較すると100倍程度の値であった。