



しょうがの結晶性評価

稲垣哲也
名古屋大学大学院生命農学研究科

1. 測定実施日

27年3月20日 14時30分 – 18時30分 (2シフト) , BL5S2

2. 概要

本研究では、試料の非破壊分析が可能な近赤外分光法によるしょうがの品質評価を目的とする。波長 1000-2500nm の近赤外領域には試料の分子振動情報が含まれる。これらの吸収は主に、C-H,N-H,O-H に起因する。近赤外領域で観測されるこれら吸収は分子の水素結合状況によりピーク位置が変化する。そのため本法により、しょうがの結晶性を評価可能であると考えられる。著者らは、本法に重水素置換法を援用することで、成長および部位によるしょうがの結晶性の変化を把握することを目的として一連の実験を行っている。今回はしょうがの結晶性のリファレンス値を得る目的で、あいちシンクロトロン光センター BL5S2 を用いた X 線回折により結晶性評価を行った。

3. 背景と研究目的

本研究はタイ・カセサート大学の研究者との共同研究として遂行している。しょうがは成長段階や部位によって、その化学成分、繊維長や結晶性が大きく変化する。しょうがに含まれる有効成分であるショウガオールに関する研究例は多く見られるが、結晶性に着目しその品質を評価した研究は少ない。本研究では非破壊分析が可能な近赤外分光法によって、ショウガの成長段階、結晶性や化学成分を評価可能とすることを目的とした。その端緒として、結晶性の異なるしょうが試料の近赤外スペクトル測定を行う予定である。結晶性リファレンス値として X 線回折法による結晶性評価を行った。

4. 実験内容

成長段階の異なる二つのしょうがを用意した。これらしょうが試料を2段階の粒形(300nm 以上および以下)で粉末化した。さらに、300nm 以下の粒径を持つしょうが粉末試料に1週間ボールミルを施した試料を用意した(合計6条件)。これらしょうが試料を Fig.1 に示すように、キャピラリーに充填し、BL5S2 からの X 線($E=10\text{keV}$, $\lambda=0.124\text{nm}$)により測定を行った。受光器として PILATUS(カメラ長:265mm)を用い、 $2\theta=1-50^\circ$ の範囲で、 0.01° 間隔で回折 X 線強度を測定した。

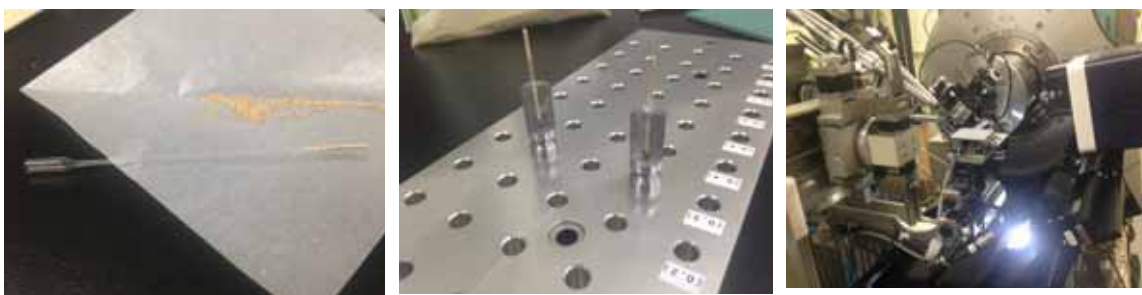


Fig 1 . しょうが試料 X 線回折測定の様子

5. 結果および考察

Fig. 2 にしょうがの X 線回折結果を示す。それぞれ(A)試料 a、粒径 $>300\text{nm}$ 、(B) 試料 a、粒径 $<300\text{nm}$ 、(C) 試料 a、ボールミル処理、(D)試料 b、粒径 $>300\text{nm}$ 、(E) 試料 b、粒径 $<300\text{nm}$ 、(F) 試料 b、ボールミル処理の結果である。(A),(B),(C),(D)ではいくつかの特徴的なピークが観測できた。文献との比較から、これらはしょうが中に含まれるでんぷんおよびセルロース由来のピークであることが推察される。また、(A)と(D)との比較から、試料 b は試料 a よりも結晶性が高いことが示された。(A)と(B)との比較および、(D)と(E)との比較から、粒径による結晶性の変化がないことが示された。(C)および(F)の観察から、ボールミル処理によりしょうが中の結晶性が劇的に減少することが示された。

Fig. 3 に乾燥状態のしょうが近赤外スペクトルを示す。それぞれ(A)波数 $10000-4000\text{cm}^{-1}$ 、(C) $7200-6000\text{cm}^{-1}$ における吸光度および(B) $10000-4000\text{cm}^{-1}$ 、(D) $7200-6000\text{cm}^{-1}$ における二次微分値である。 $7200-6000\text{cm}^{-1}$ にはでんぷんおよびセルロースの OH 基による吸収が含まれる。これら、吸収はその水素結

合状態によってピーク値が変化する。近赤外スペクトルはその吸収が（波数領域）に広いため、吸収が重なって存在している。スペクトル二次微分によりこれらピークを分離することができる。二次微分では通常の吸収が谷に対応する。二次スペクトルの観察から、7200-6000 cm^{-1} 付近にはいくつかのピークが存在することが確認できた。

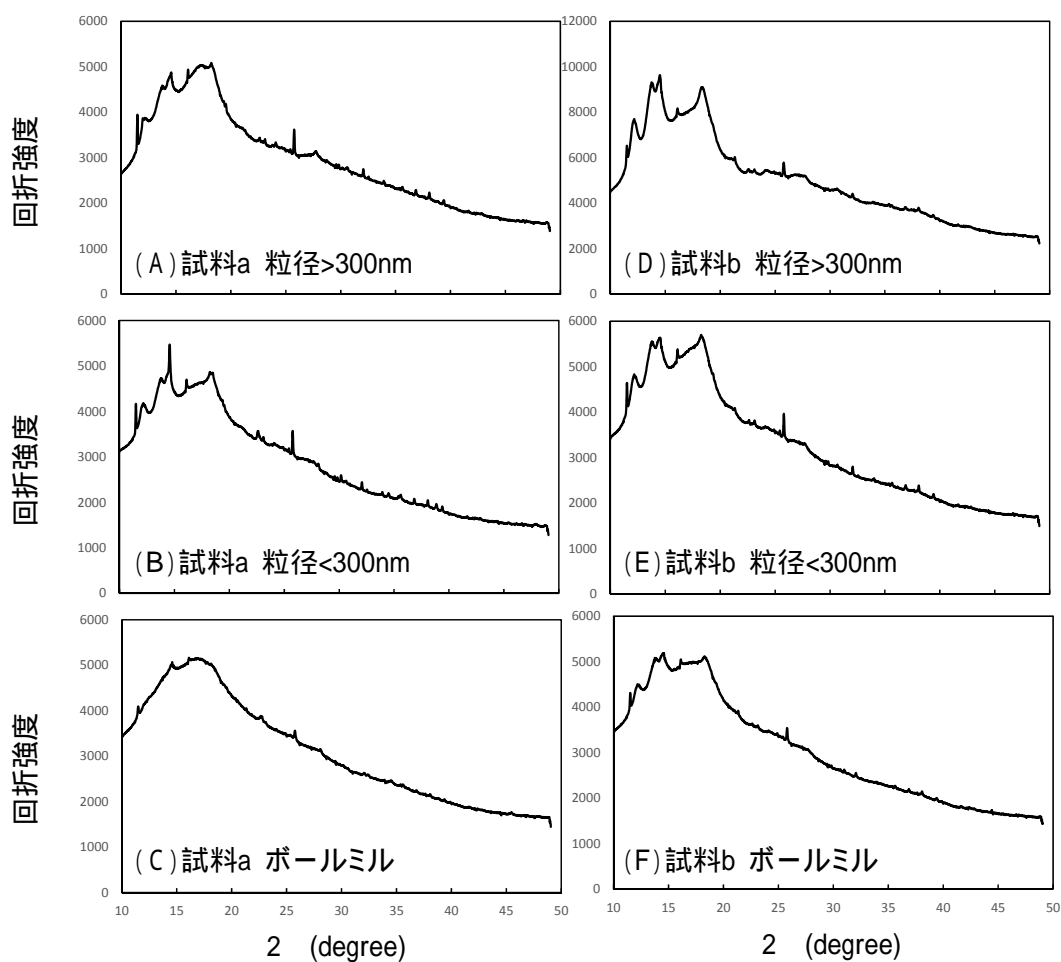


Fig. 2 しょうが X 線回折パターン

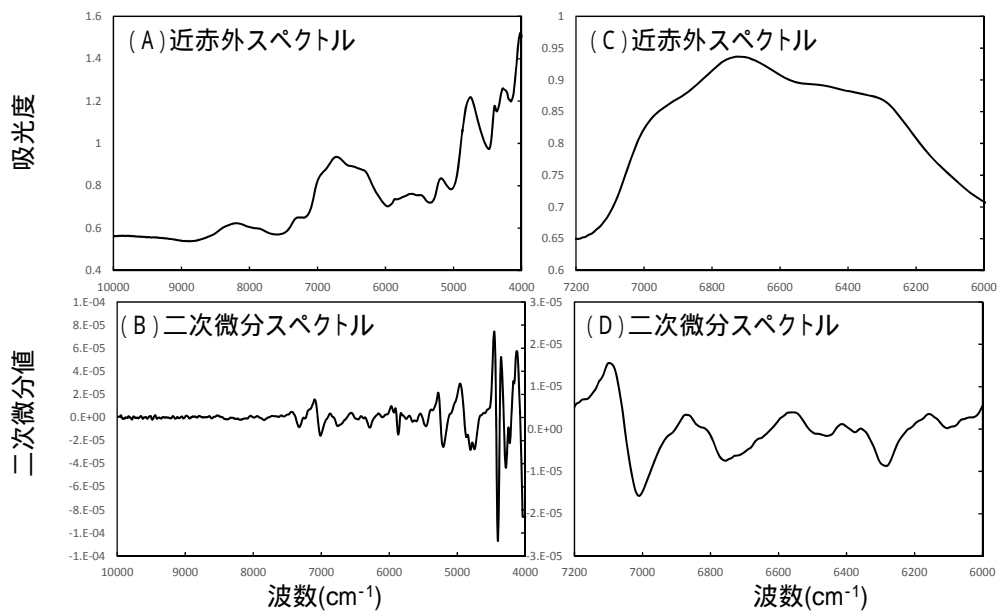


Fig. 3 しょうが近赤外スペクトルおよびその二次微分値

6.今後の課題

X線回折強度により、しょうがの結晶性はボールミル処理によって劇的に減少することが示された。今後は、X線回折パターンのピーク強度と形状から結晶化度を算出し、結晶性の定量的評価を試みる。また、これら結果と近赤外二次微分スペクトルを比較することで、しょうがの結晶性領域のセルロースおよびでんぷん由来のピークを帰属することを今後の課題とする。