

# 粉乳表面のマッピング測定とラマン分析

株式会社島津テクノリサーチ

## はじめに

光(入射光)を照射した物質からの散乱光の中には、入射光とは異なる波長の光(ラマン散乱光)が観察されます。ラマン散乱光を測定、つまりラマン分光分析により、物質の構造に関する多くの情報を得ることができます。また、顕微ラマン分光法によるマッピング測定では、物質の構造(結合状態、結晶性や欠陥など)や成分の分布などを可視化(ラマンイメージング)することが可能です。ここでは粉乳を用い、タンパク・脂質・糖の分布を可視化しました。さらに、糖に関しては主として含まれる乳糖の結晶状態についての情報を得ることが出来ました。

## ラマンスペクトルの測定

粉乳に含まれる各成分をラマン分光法により測定しました。なお、使用機器はレニショー社製 inVia Reflex/StreamLine 顕微ラマン分光光度計、励起レーザー波長は 785nm です。

図1は、粉乳に含まれるタンパク、脂肪をラマン分光分析により測定した例です。また、図2は粉乳に主として含まれる乳糖のラマンスペクトルです。各結晶状態により、特徴的なスペクトルが確認できました。

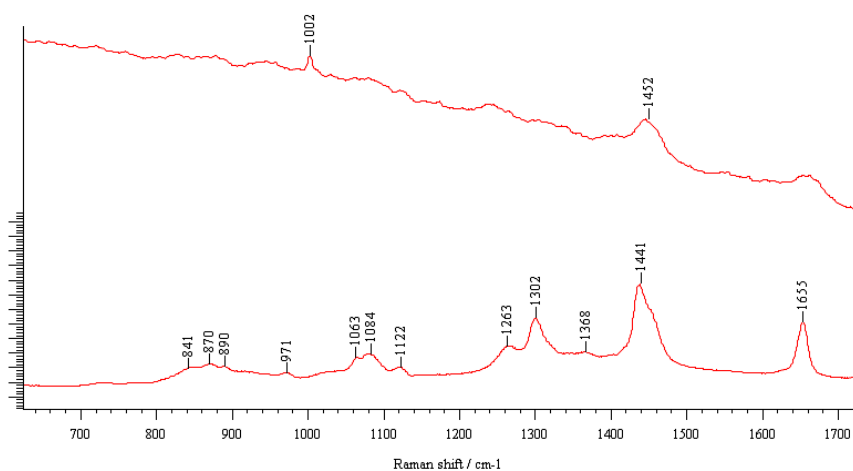


図1. 脂質(下)とタンパク(上)のラマンスペクトル

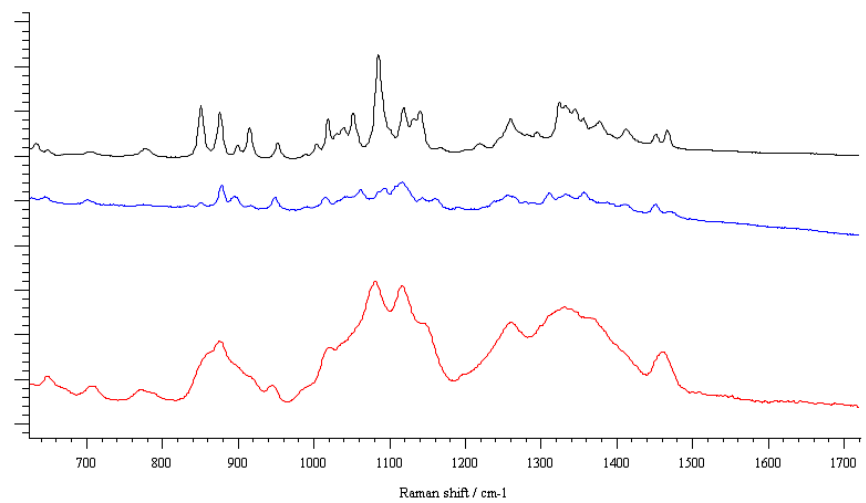


図2. 各種乳糖のラマンスペクトル  
(下:非晶質)、中:結晶無水物、上:結晶1水和物)

## 粉乳表面のマッピング測定(面分析)とラマンイメージング

測定用の容器に平らに敷き詰めた粉乳表面のマッピング測定(約 10 μm 分解能)を行いました。図3に測定部分の顕微鏡像を、タンパク・脂質・乳糖の各結晶状態でのラマンイメージング像を図4～図8に示します。

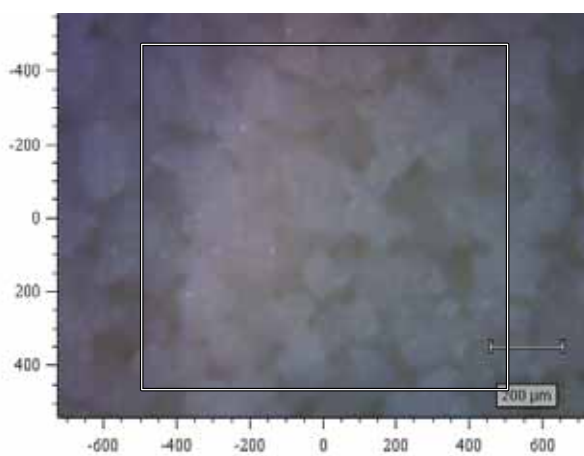


図3. マッピング測定範囲

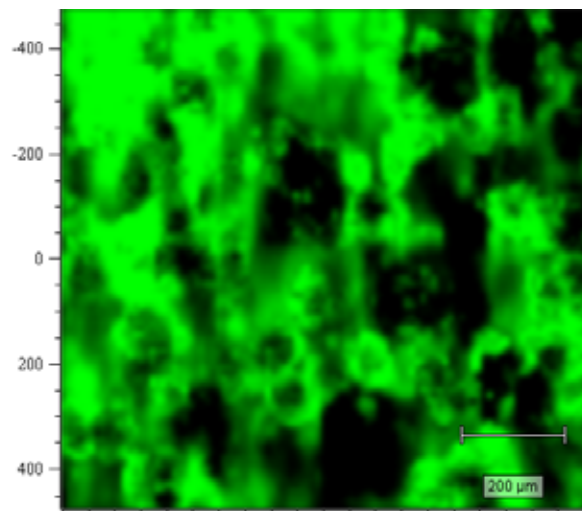


図4. 脂質のイメージング像

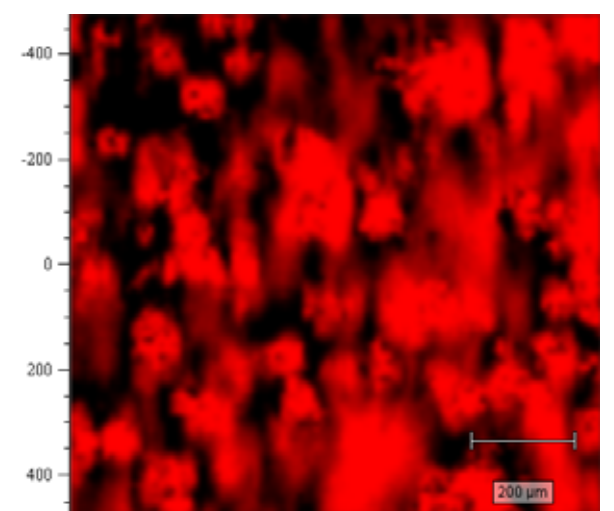


図5. タンパクのイメージング像

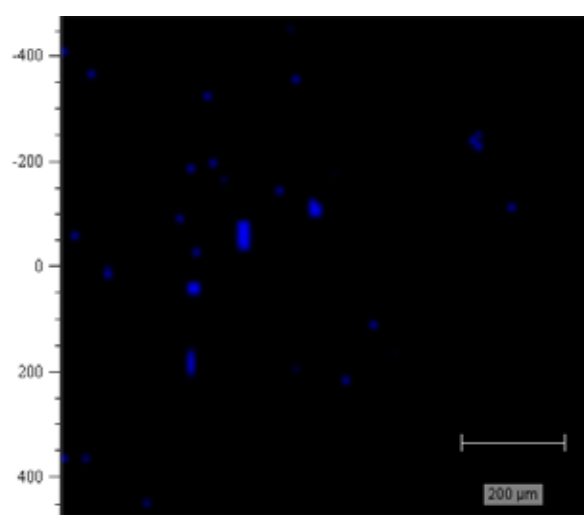


図6. 乳糖(結晶1水和物)のイメージング像

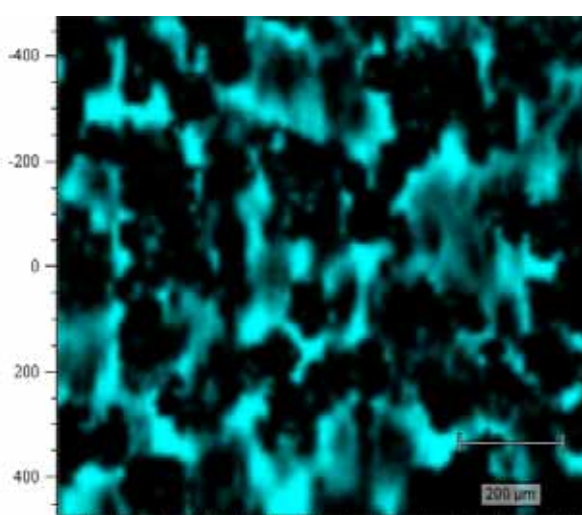


図7. 乳糖(結晶無水物)のイメージング像

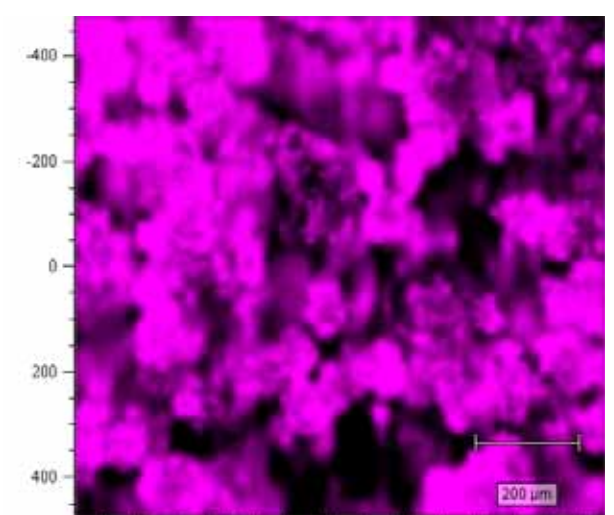


図8. 乳糖(非晶質)のイメージング像

## 測定結果について

マッピング測定の結果から、タンパク・脂質の分布に加え、乳糖の結晶状態による分布を可視化することが出来ました。乳糖の大部分が非晶質で存在する一方、結晶1水和物はごく一部にしか確認できませんでした。また、結晶無水物はタンパクの少ない部分に多く存在する(図9)とともに、図10に円で示した部分のように、脂質の少ない部分でも確認されました。

図9および図10の部分、詳細にマッピング測定(約3 $\mu$ m分解能)した結果(図11~図14)においては、タンパクの粒子と乳糖(結晶無水物および非晶質)の分布の関係、すなわち、タンパクの分布が少ない部分においては、結晶無水物の乳糖が分布している様子が確認できました。また、図11~図14の中心部分(図15~図17、約1.5 $\mu$ m分解能)では、タンパク、あるいは脂質の少ない部分で、結晶無水物の乳糖が分布している様子が確認できました。さらに、脂質およびタンパクの分布が共に少ない部分(図15~17右下部分)に乳糖の結晶1水和物が見られました。

以上の結果から、粉乳表面での乳糖の構造は、主に非晶質と結晶無水物であることが確認されました。また、その分布の関係は、タンパクあるいは脂質が少ない、つまり乳糖がより凝集した部分では結晶無水物となる一方、タンパクあるいは脂質とともに分布する乳糖は非晶質の構造を維持する傾向がみられました。

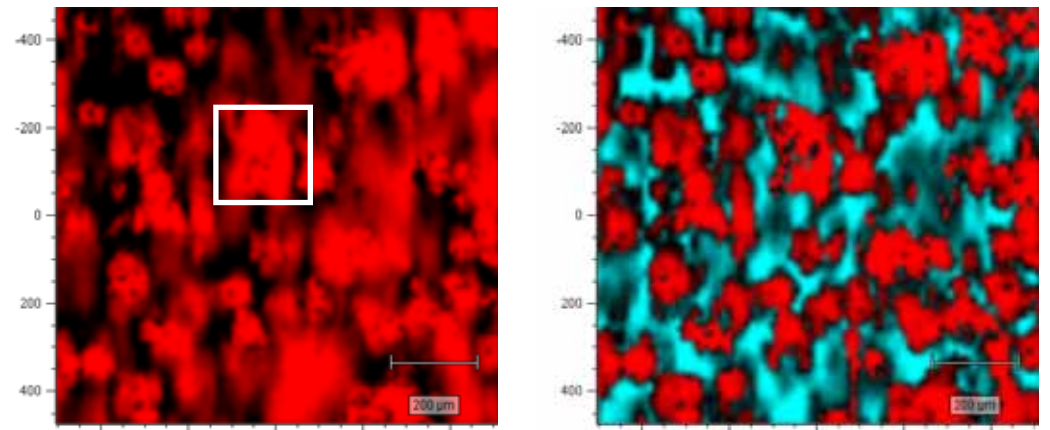


図9. タンパク(左)と、乳糖(結晶無水物)のイメージング像の重ねがき

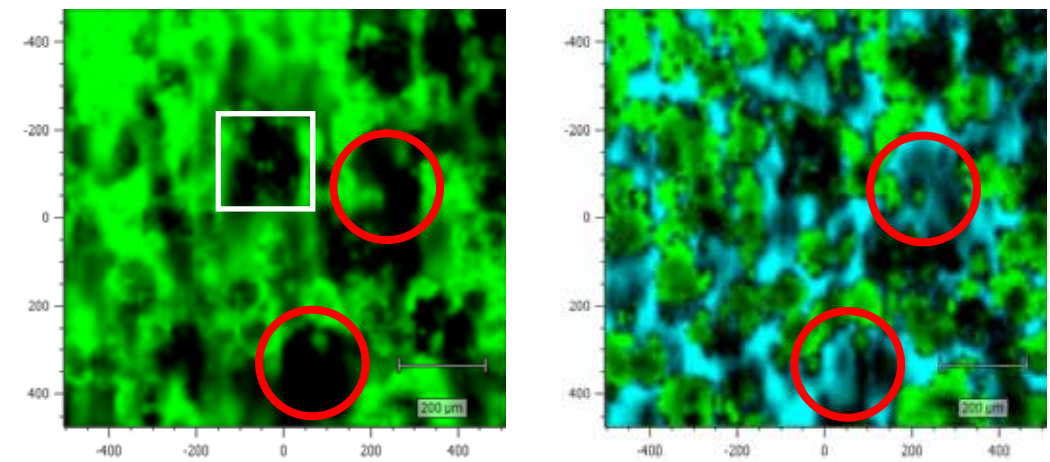


図10. 脂質(左)と、乳糖(結晶無水物)のイメージング像の重ねがき

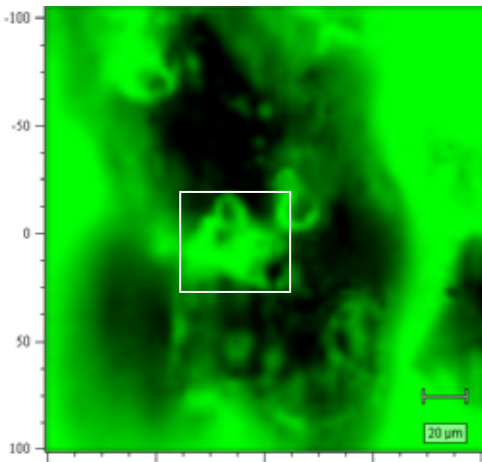


図11. 脂質のイメージング像

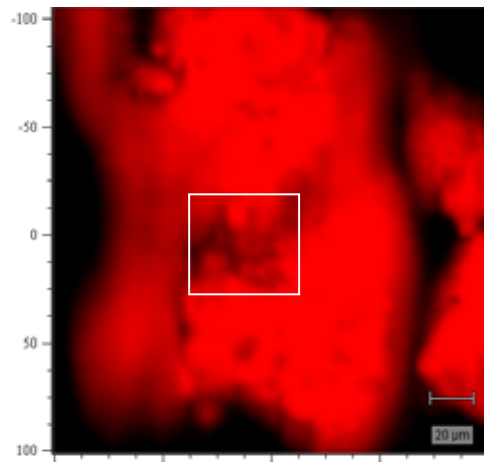


図12. タンパクのイメージング像

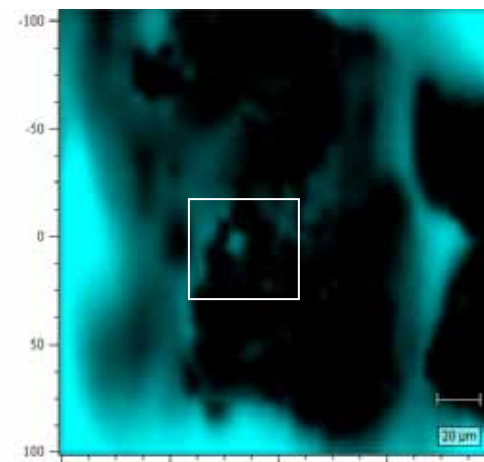


図13. 乳糖(結晶無水物)のイメージング像

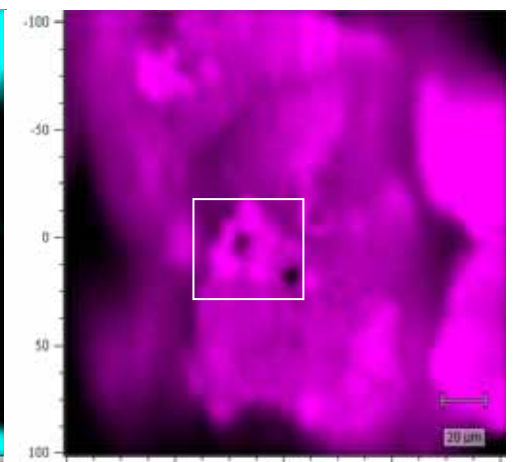


図14. 乳糖(非晶質)のイメージング像

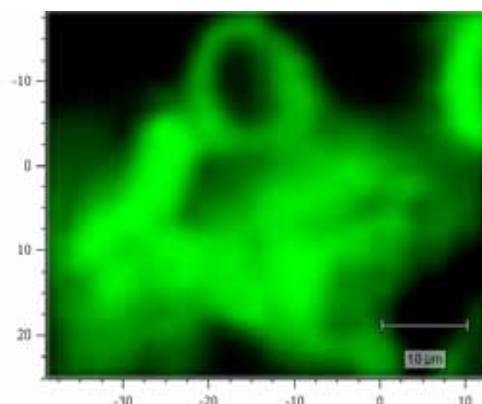


図15. 脂質のイメージング像(部分拡大)

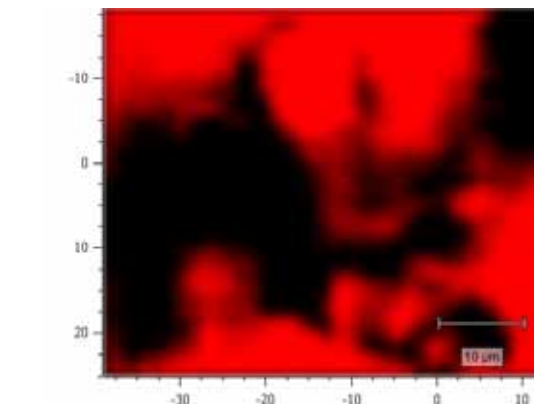


図16. タンパクのイメージング像(部分拡大)

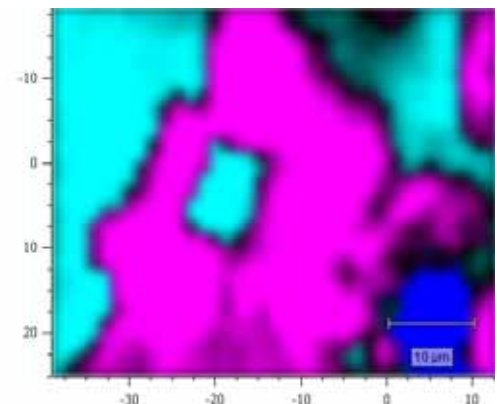


図17. 乳糖のイメージング像(部分拡大)  
マゼンタ:非晶質、シアン:結晶無水物、  
青:結晶1水和物

## まとめ

粉乳表面について顕微ラマン分光法によるマッピング測定をおこない、タンパク、脂質、糖のラマンスペクトルからラマンイメージング像を得ました。これによりタンパク、脂質、糖の分布を可視化することが出来ました。また、糖の結晶構造ごとの分布も知ることが出来ました。さらに、各成分の分布の関係より、乳糖の結晶構造の変化(相転移)に関する条件が示唆されました。

顕微ラマン分光法では、物質の構造に関する情報が得られ、また、マッピング測定により得られたラマンイメージング像により、成分やその結晶構造の違いに関する分布を知ることができます。これらのことから、ラマン分光法は材料の表面構造を知る上で有用な手法であるものと考えられます。