

植物由来桂皮酸類による環境調和型エンプラの製造技術の開発 —さつまいも茎葉ポリフェノールを原料とした新規マテリアルの製造—

食品・化学部 東みなみ*, ○安藤浩毅

(*現 企画支援部)

1. はじめに

さつまいも茎葉は、南九州地方において大量に発生しているバイオマスであり、本県ではその利用促進に努めているところであるが、さらなる有効活用が求められている。そのような中、近年、植物由来の桂皮酸等を原料とした耐熱性に優れたプラスチックが開発され、さつまいも茎葉に含まれる桂皮酸類（ポリフェノールの一種）がバイオマスプラスチック（BP）の原料として注目されている。

一方、当センターでは、加圧熱水（100～300℃程度の蒸気を伴わない熱水）を用いた独自の処理技術を有し、熱水流通式の加圧熱水処理装置を用いた研究において、さつまいも茎葉から加圧熱水のみで桂皮酸類を抽出できることを見いだした。そこで、本研究では桂皮酸を大量に抽出するための水熱抽出条件（バッチ処理）の検討、および水熱抽出物から桂皮酸類を効率良く回収するための精製条件を検討した。さらに得られた精製物のBP原料としての可能性を検討した。

2. 実験方法

2. 1 供試試料

試験に用いたさつまいも茎葉は、しろゆたか（粉末、本県農産物加工研究指導センター製）、すいおう（粉末、アネット(有)製）を試験に供した。

2. 2 桂皮酸類の抽出方法

さつまいも茎葉からのカフェ酸類の抽出は、耐圧硝子工業(株)製のハイパーグlaster TEMV1000（図1）を用い、茎葉50gに対し水550mLを加えて、初期圧0.02MPa、所定温度で30分間加熱し、冷却後、固液分離を行い抽出液を回収した。抽出温度条件は、120℃、140℃および160℃とし、抽出液を凍結乾燥して得られる固形分より抽出物収率（固形分濃度）を求め、HPLCにより桂皮酸類（CA: カフェ酸, ChA: クロロゲン酸, di CQA: ジカフェオイルキナ酸, ChAおよびdi CQAの末尾の数はそれらの異性体）を定量した。

2. 3 桂皮酸類の精製方法

抽出液をフィルターでろ過し、所定の合成吸着剤にろ液を通して桂皮酸類を吸着させ、80%メタノールにより溶出、アルコール留去後、凍結乾燥にて精製物粉末を得た。

なお、桂皮酸類に適した合成吸着剤は、三菱化学(株)製のSP70, SP700, SP207およびHP20の4種を用い、糖類の除去効果（精製物中の糖の残存状況）および桂皮酸類の収量から精製効率の高い合成吸着剤を選定した。以下、使用した合成吸着剤の物性を示す。

- (1) 細孔の大きさ SP70 < SP700 < SP207 < HP20
- (2) 吸着力の強さ SP207 > SP70・700 > HP20
- (3) クロマト性 SP70・700 > SP207 > HP20

2. 4 BPの合成（重合反応）

120℃、140℃および160℃の温度で抽出し、合成吸着剤で精製した

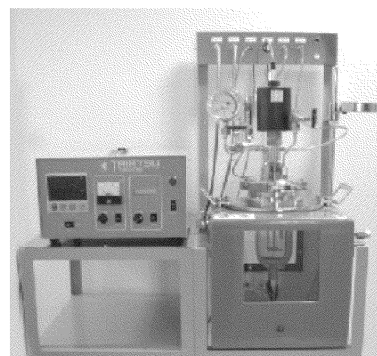


図1 抽出装置

すいおうの精製物を用いて、ポリエステル合成方法として一般的に知られる熔融縮重合法にて重合反応を行い、FT-IRおよびGPC分析により重合の確認を行った。

3. 結果および考察

3.1 抽出温度条件

図2に各種温度で抽出物収率，図3に比較的ポリフェノール含量の多かったしろゆたかの桂皮酸類の収量を示す。抽出温度が高いほど，すいおう，しろゆたか共に茎葉から得られる抽出物収量は増加傾向を示したが，しろゆたかの桂皮酸類の収量(総量)は逆に減少傾向を示した。この傾向はすいおうでも同じであり，これらの結果から，120~160℃の温度範囲では比較的低温が桂皮酸類の抽出に適していることが示された。しかし，抽出温度により成分組成が異なるため(抽出温度が高くなるとChAが増加傾向を示す)，BP合成の観点からも検討する必要がある。

3.2 桂皮酸類の精製条件

図4に各種吸着剤使用後の精製物に含まれる糖類の分析結果(単糖部)，および図5に桂皮酸類の収量を示す。今回用いた4種の合成吸着剤の中では，図4に示されるように糖類の除去効果が最も高く(単糖のピークが検出されていない)，かつ図5に示されるように，桂皮酸類の損失も比較的少ないSP70を桂皮酸類の分離精製用として選定した。

3.3 桂皮酸類を含む精製物を用いたBPの製造

桂皮酸類を含む精製物を用いてBP合成の試験を行った。その結果，重合反応の過程で粘度が上昇し，攪拌が困難となったが，最終的に黒色の重合物が得られた。FT-IRの分析の結果，反応後の水酸基のピーク(3,400cm⁻¹)が小さくなり，エステル結合のピーク(1,748cm⁻¹)が現れたことから，重合が進んでいることが確認できた。また，GPC分析の結果，分子量が20,000以上の重合物であることがわかった。

4. おわりに

さつまいも茎葉から桂皮酸類を高効率で得られる条件および精製条件(合成吸着剤の選定)を検討し，桂皮酸類の精製物を用いて合成試験を行った。その結果，分子量が20,000以上の黒色の重合物が得られ，BPとしての利用可能性が示唆された。試薬を使用した試験では，耐熱温度200℃以上の重合物が得られた報告があるが，重合物の物性をさらに調べ，今後，さつまいも茎葉由来のBPに適した環境調和型エンブレ製造の技術開発を目指す。

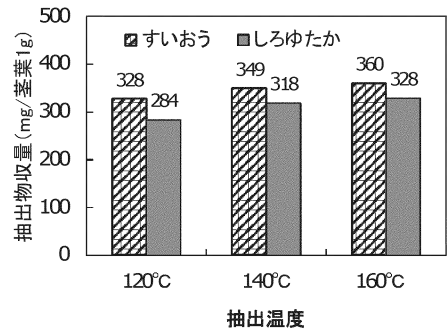


図2 抽出物収率

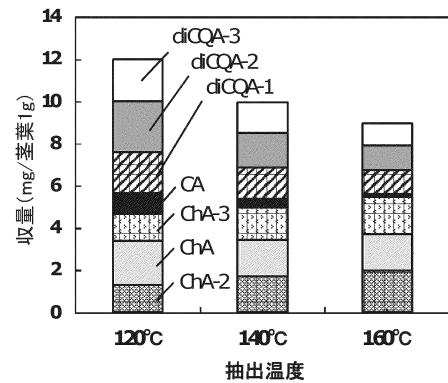


図3 桂皮酸類の収量(しろゆたか)

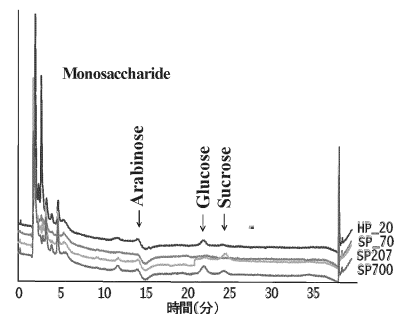


図4 糖分析チャート(単糖部)

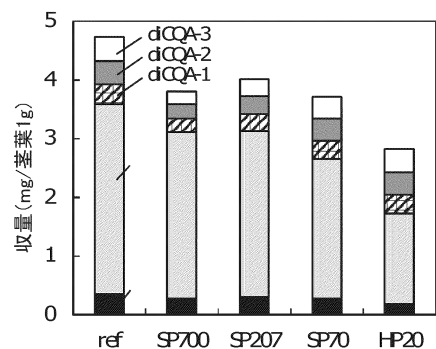


図5 精製後の桂皮酸類の収量