

マイクロビームX線回折とX線マイクロトモグラフィー
を用いたオールバイオマスナノコンポジット材料中における
ナノファイバー繊維の分散解析

**Direct Analysis of Distribution of Nano-fibers in All Biomass
Nano-composite Materials by Micro-beam X-ray Diffraction and
X-ray Micro-tomography**

岩田 忠久^a, 田中 稔久^b, 浅野 真文^a, 石井 大輔^a,
上杉 健太郎^c, 竹内 晃久^c, 鈴木 芳生^c
Tadahisa Iwata^a, Toshihisa Tanaka^a, Masafumi Asano^a, Daisuke Ishii^a,
Kentaro Uesugi^c, Akihisa Takeuchi^c, Yoshio Suzuki^c

^a東京大学, ^b信州大学, ^c高輝度光科学研究センター

^aThe University of Tokyo, ^bShinshu University, ^cJASRI

生分解性脂肪族ポリエステルの一つであるポリ[(R)-3-ヒドロキシブチレート]のナノファイバーマットの三次元X線マイクロトモグラフィーの撮影を行った。直径 280nm と 560nm を有する 2 種類のナノファイバーマットのトモグラフィー像の撮影に成功し、分解能 500nm レベルで明確なナノファイバーの分散解析が出来ることがわかった。

Three-dimensional analysis of electro-spun nano-fibers of poly[(R)-3-hydroxybutyrate], which is one of biodegradable polyesters, has been carried out by using X-ray micro-tomography with synchrotron radiation. We succeeded to obtain three-dimensional images from two kinds of nano-fibers with diameters of 280 nm or 560 nm. It was revealed that the practical resolution is ca. 500 nm for the analysis of distribution of nanofibers.

キーワード：生分解性ポリエステル、ポリ[(R)-3-ヒドロキシブチレート]、ナノファイバー、
X線マイクロトモグラフィー

緒言：環境保全および有限化石資源の有効利用の観点から、再生産可能資源（バイオマス）から生産され、環境中の微生物の力により分解される生分解性バイオマスプラスチックの開発は、最も重要な研究課題であると考えられる。生分解性バイオマスプラスチックが解決しなければならない問題は、高強度化、耐熱性の付与などの材料物性である。

最近我々は、微生物が糖や植物油を原料として生合成するポリ[(R)-3-ヒドロキシブチレート] (P(3HB))を用いて、高強度繊維やエレクトロスピンニング法による直径 100~500 ナノメートルのナノファイバーの作製に成功した[1-3]。このナノファイバーをポリ乳酸、セルロース誘導体、キチンなどのバイオマスプラスチックに分散させ、オールバイオマスナノコンポジット材料を作製し、熱延伸などを施すことにより高強度および高耐熱性材料の開発を目的としている。ナノコンポジット

材料中でのナノファイバーの分散性および配向性に関する解析が最終目標であるが、今回は直径の異なるナノファイバー単独で、三次元X線トモグラフィー像が撮影できるかどうかの検討を行った。

実験：BL47XU ビームラインにおいて、ナノファイバーのX線トモグラフィーを撮影した。ナノファイバーマットを幅 50 ミクロン程度に切り出し、試料台に垂直に立て、0.2 度ずつ回転させ、900 枚のX線透過像を撮影した。撮影後、全ての透過像における回転軸を一致させ、高さ方向 250 ミクロンのトモグラフィー像を構築した。三次元像の構築には、画像解析ソフト Forge を用いた。

結果と考察：図 1 に、P(3HB)の 1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロ-2-プロパノール 0.5wt%(w/v)と 2.5wt%(w/v)溶液から作製し

たナノファイバーの走査型電子顕微鏡像 (SEM) を示す。ナノファイバーの平均直径は、それぞれ 280nm と 560nm である。平均直径の違いはあるが、非常に均一なナノファイバーが三次元的に重なり合っていることがわかる。一部は、つながっているようにも見られる。

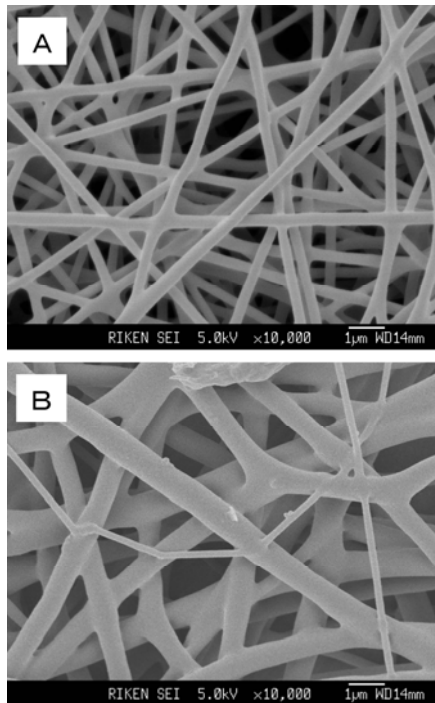


Fig. 1. Scanning electron microscopic images of P(3HB) nanofibers prepared from (A) 0.5 wt%(w/v) or (B) 2.5 wt%(w/v) solution.

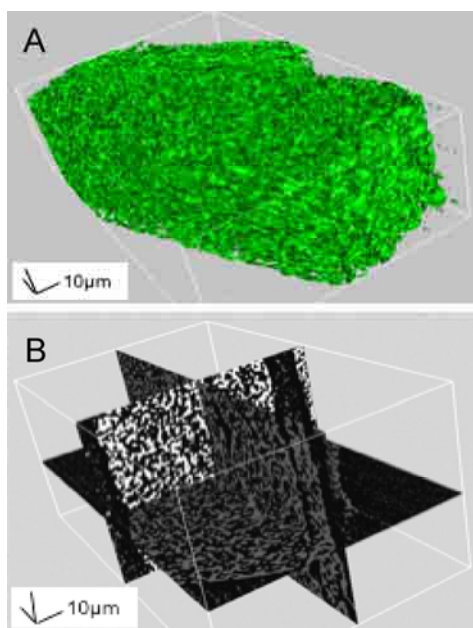


Fig. 2. Reconstructed images of P(3HB) nanofibers prepared from 0.5 wt%(w/v) solution. (A) stereoscopic and (B) cross-section models.

Fig. 2(A)は、0.5wt%から作製された平均直径280nmのナノファイバー像である。Fig. 2(B)は、(A)の断面図である。残念ながら、分解能が追いついていないせいか、明確なナノファイバー像は得られなかった。

一方、図 3(A)と(B)では、ナノファイバー像が明確に確認できた。従って、分解能としては500nmが限界であることがわかった。断面像では非常にきれいなナノファイバー像が確認できることから、延伸配向処理による違いなども十分に観察できると予想される。

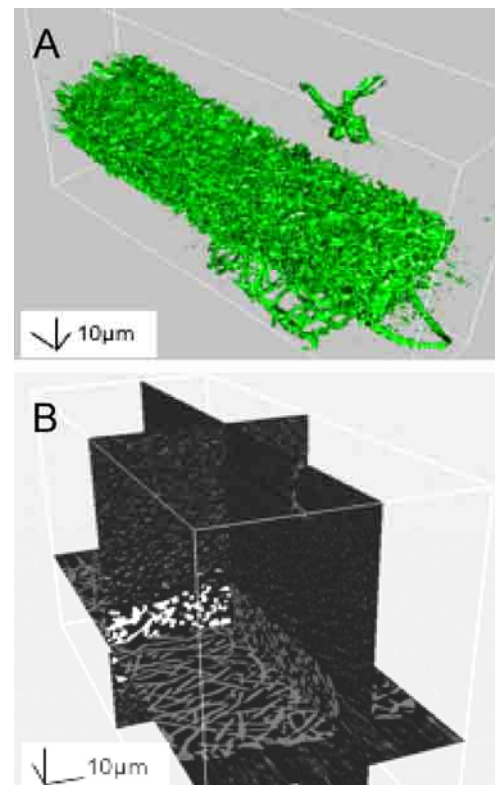


Fig. 3. Reconstructed images of P(3HB) nanofibers prepared from 2.5 wt%(w/v) solution. (A) stereoscopic and (B) cross-section models.

今後は、ナノファイバーを分散させたナノコンポジット材料のトモグラフィー像を撮影し、高分子-高分子の低密度差で明確にナノファイバー像が撮影できるかどうかの検討を行いたいと考えている。また、ビームライン担当者が開発中の高分解能トモグラフィーの撮影にもトライしたいと考えている。

参考文献

- 1) T. Iwata, *Macromol. Biosci.* **5** (2005) 689.
- 2) T. Tanaka, et al., *Polymer* (2007) in press.
- 3) D. Ishii, et al., *J. Biotech.* (2007) in press.