海水浸漬処理したポリカプロラクトン薄膜のナノ構造変化における 浸漬水圧の影響

○大榊旺杜¹・嶋川景斗¹・宮嶋琉²・瀧川真美子¹・増永啓康³・インジュンアン⁴・高原淳⁴・佐々木園*1,5 (1京工繊大院工芸科学,²京工繊大工芸科学,³JASRI/SPring-8,⁴九大 K-NETs, 5RIKEN SPring-8 センター)

【緒言】著者らは、これまでに土壌・海洋生分解性を有するポリカプロラクトン(PCL)の海水中におけるナノ構造変化を明らかにするために、放射光を用いた微小角入射 X線回折(GIXD)測定により、浅瀬での海洋分解条件(常圧 $|25^{\circ}$ C)の海水に最長 10 日間浸漬した薄膜試料の高次構造を検討してきた。本研究は、大陸棚付近の海洋分解条件に着目し、浸漬水圧が PCL 薄膜の分解挙動に及ぼす影響について検討することを目的とする。

【実験】試料として重量平均分子量 (M_w) および数平均分子量 (M_n) が~14,000 および~10,000 (Aldrich, Inc.) の PCL 薄膜を用いた。2.5 wt% PCL のクロロホルム溶液を用いたスピンコート法(2000 rpm, 30 s)により乾熱滅菌処理した Si 基板上に PCL 薄膜を成膜した(平均膜厚:0.74 μ m)。その後、PCL を溶融状態から 40 ℃で 4 時間等温結晶化処理した。試料は、冷凍庫内(-20℃)で保管した。海水浸漬処理には、海水(小笠原諸島、小笠原海藻研究会)の微生物量を 10 倍に濃縮した濃縮海水、福岡市今津にて採取された海水・堆積物を混合し調製(九州大学)された抽出海水を用いた。これらの海水の pH は、濃縮海水および抽出海水においてそれぞれ 8.18、7.70 であった。25℃、2MPa の条件下、PCL 薄膜をそれぞれの海水に 1~7 日間浸漬した。海水浸漬処理後の PCL 薄膜は、蒸留水で洗浄後真空乾燥処理して測定に用いた。大型放射光施設 SPring-8 のBL05XU ビームライン(理研専用ビームライン)を利用した PCL 薄膜の GIXD 測定は、波長 0.1nm のマイクロビームと PILATUS 検出器を利用して行った。薄膜の膜厚は微細形状測定機(小坂研究所)を用いて測定した。薄膜の表面モルフォロジー観察及び表面粗さ測定は、SPM-9700(島津製作所)で行なった。

【結果および考察】Fig 1 は、25℃の濃縮・抽出海水中においてそれぞれ低水圧 (0.1MPa)、高水圧 (2.0MPa) 条件で浸漬処理した PCL 薄膜の膜厚変化を示す。Fig 1 より、濃縮海水、抽出海水ともに浸漬日数が長くなるにつれて膜厚が減少した。また、濃縮海水、抽出海水ともに高水圧で PCL 薄膜を海水浸漬した場合、低水圧で海水浸漬した場合よりも膜厚の減少が大きくなった。このことから、高水圧で膜の分解が促進されたことが示唆された。以上のことを踏まえて、常圧と水圧 2MPa で海水浸漬処理した PCL 薄膜のナノ構造変化をGIXD 測定結果より比較検討した。当日は、PCL 薄膜表面のみかけの結晶化度、結晶構造、結晶格子定数・結晶配向性、微結晶サイズに対する水圧の影響について発表する。

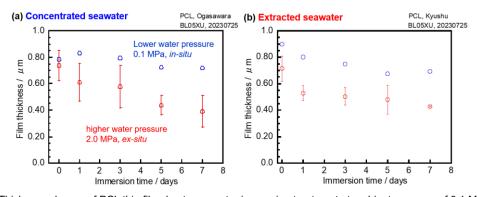


Fig. 1 Thickness change of PCL thin film due to seawater immersion treatment at ambient pressure of 0.1 MPa and water pressure of 2.0 MPa. (a) medium: bacteria-enriched seawater (collected on the coast of the Ogasawara Islands); (b) medium: extracted seawater (collected on the coast near Kyushu University in Fukuoka). Each data point in this plot was obtained from a different sample.

Effect of water pressure on nanostructure changes of polycaprolactone thin films immersed in seawater

<u>Hiroto Osakaki¹</u>, Keito Shimakawa¹, Ryu Miyagima², Mamiko Takigawa¹, Hiroyasu Masunaga³, An Yingjun⁴, Atsushi Takahara⁴, Sono Sasaki*¹, ⁵

(¹Grad. Sch. of Sci. And Tech., Kyoto Inst. of Tech., Matsugasaki Hashikami-cho 1, Sakyo-ku, Kyoto 606-8585, Japan; ²Sch. of Sci. and Tech., Kyoto Inst. of Tech., Matsugasaki Hashikami-cho 1, Sakyo-ku, Kyoto 606-8585, Japan; ³Japan Syn. Rad. Res. Inst., Kouto 1-1-1, Sayo-cho, Sayo, Hyogo 679-5198, Japan; ⁴K-NETs, Kyushu Univ., Motooka 744, Nishi-ku, Fukuoka 819-0395, Japan; ⁵RIKEN SPring-8 Center, Kouto