

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 10 日現在

機関番号：11302

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24650455

研究課題名(和文) 衛生・医療分野への応用を目指した新規ナノ被服材料の開発

研究課題名(英文) Development of novel nano clothing material for application to health and medical fields

研究代表者

高崎 緑 (TAKASAKI, Midori)

宮城教育大学・教育学部・准教授

研究者番号：00402149

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円、(間接経費) 870,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、申請者らが開発した独自技術である溶媒フリーの「レーザーエレクトロスピニング(LES)法」を応用した新手法により、植物由来のポリ乳酸(PLA)ナノファイバーを創製する。さらに、生理・薬理活性を付与したポリ乳酸ナノテキスタイルの創製へ発展させる。最終的には衛生・医療用被服としての応用法を探索する。

諸条件を検討した結果、高出力なレーザーパワー条件で、薬剤を含有したPLAナノファイバーを作製することができ、薬剤の熱分解の影響はみられなかった。また繊維径を変化させることで、薬剤の徐放性を制御可能であることが見出され、衛生・医療用被服材料としての応用化の指針が得られた。

研究成果の概要(英文)：In this study, I carried out to produce polylactide (PLA)nanofibers and textiles having physiological and pharmacological activities using laser electrospinning (LES) method, which is the novel method of solvent-free of a unique technology method. Furthermore, I explored the application of the method as health and medical clothing.

As results of investigation of conditions, it was possible to produce the PLA nanofibers containing the drug when laser power was high output, and there was no influence of the thermal degradation of the drug in the LES process. The release of the drug was able to be controlled by varying the fiber diameter. From these results, guidelines for application of the health and medical clothing material was obtained.

研究分野：総合領域

科研費の分科・細目：生活科学・生活科学一般

キーワード：エレクトロスピニング

## 1. 研究開始当初の背景

エレクトロスピンニング(ES)法によるナノファイバー化に関する研究が近年盛んに行われている。溶液型 ES 法における溶媒回収による高コストと溶媒残存による医療用途への安全面での課題を解決するために、申請者らは溶媒不要のレーザーエレクトロスピンニング法(LES)を開発した(図 1)。LES は、原料繊維を一定速度で供給し、高電圧を印加した状態で炭酸ガスレーザー光を照射して高分子を瞬間的に均一加熱溶解し、静電力によって引き伸ばすことで極細繊維を創製する方法であり、ナイロン 6, ポリ L 乳酸とその共重合体について繊維径  $1 \mu\text{m}$  の繊維が得られている。また、これまでに申請者らは桑の特有成分であり、薬理・生理活性を示す 1-Deoxyojirimycin(1-DNJ)に着目し、1-DNJ の抽出法、1-DNJ 含有率の品種依存性について検討してきた。

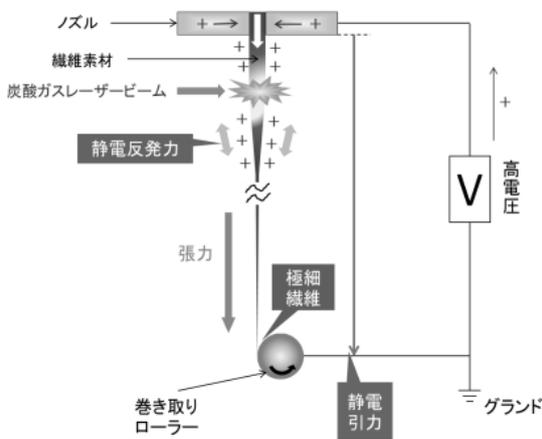


図 1 レーザーエレクトロスピンニングの概略図

## 2. 研究の目的

本研究では、申請者らが開発した独自技術である溶媒フリーの「レーザーエレクトロスピンニング(Laser Electro Spinning: LES)法」を応用した類例の無い新手法により、生理・薬理活性を付与したポリ乳酸(PLA)ナノファイバー・テキスタイルを創製する。最終的には衛生・医療用被服としての応用法を探索する。

## 3. 研究の方法

### (1) LES 実験

LESによって薬剤含有PLA極細繊維(薬剤重量分率約 10 wt%)を作製した。印加電圧 20 kV, ノズルコレクター間距離 5 cm に固定し、レーザーパワーを 5, 6, 7 W に変化させ、繊維径の異なる繊維を作製した。

### (2) 薬剤溶出試験

リン酸緩衝液 (0.01 mol/L Phosphate Buffered Saline: 以下 PBS とする) (pH7.4) 中における薬剤含有 PLA 繊維の薬剤溶出性

(経時変化)を調べるため、薬剤溶出試験を行った。遠沈管に PBS (20 ml) と薬剤含有 PLA 繊維を入れ、恒温水槽 (37 °C, 100 rpm) にて振盪させた。所定の時間で取り出した PBS 溶液について、UV-VIS 測定により吸光度を測定し、薬剤溶出率を算出した。

### (3) フーリエ変換赤外分光 (FT-IR) 測定

LES 繊維について、Agilent Technologies (株) 製 Cary 630 FTIR にて赤外分光測定 (ATR 法) を行った。

### (4) 走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察

薬剤溶出試験前・溶出試験 312 h 後における LES 繊維の表面の形態変化を調べるため、走査型電子顕微鏡 (SEM) (日本電子株式会社, JCM-5000 型) によって観察を行った。観察前にイオン Sputter (ION SPUTTER TM-SC101) にて 15 mA で 2 分間金蒸着を行った。SEM 画像 1 枚について 30 箇所、合計画像 5 ~ 10 枚の SEM 画像 (150 ~ 300 箇所) について繊維径を計測し、平均値、標準偏差、変動係数を算出した。

## 4. 研究成果

### (1) LES 繊維径

レーザーパワーに対して平均繊維径、直径変動係数 (C.V.) をプロットした結果を、それぞれ図 2 (a), (b) に示す。レーザーパワーが 5 W から 6 W になると繊維径が低下し、7 W 以上では繊維径に大きな変化はみられなかった。特に 7 W 以上の条件で繊維径  $1 \mu\text{m}$  以下のナノファイバーが得られ、最少繊維径 480 nm のナノファイバーが得られた。一方、C.V. は最大でも 51% であり、比較的均一な繊維を作製することができた。

### (2) FT-IR 測定

フーリエ変換赤外分光測定 (FT-IR) の結果を図 3 に示す。LES 繊維 (5, 6, 7 W) のスペクトルにおいて  $809 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1514 \text{ cm}^{-1}$  付近で微小ながら単独のピークがみられる。これらのピークは PLA ペレット (PLA 単体) のスペクトルには現れず、薬剤のピークと一致した。 $809 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1514 \text{ cm}^{-1}$  に観測されるピークは、それぞれベンゼン環 + CH の振動、ベンゼン環 C=C 伸縮に由来する。ベンゼン環は PLA に存在せず、薬剤のみに存在する。したがって、LES 後も繊維中に薬剤が残存していることを意味し、LES での熱分解の寄与は低いものと推測される。

### (3) 薬剤溶出試験

薬剤溶出試験の結果を図 4 に示す。レーザーパワーの違いを比較すると、7 W が最も高い溶出性を示し、特に初期の薬剤溶出が急激に増加している。また、5, 6 W にはほとんど違いがみられなかった。繊維が細い 7 W で薬剤溶出性が高くなったのは、繊維の高い比表面積によって溶媒への接触面積が大きくな

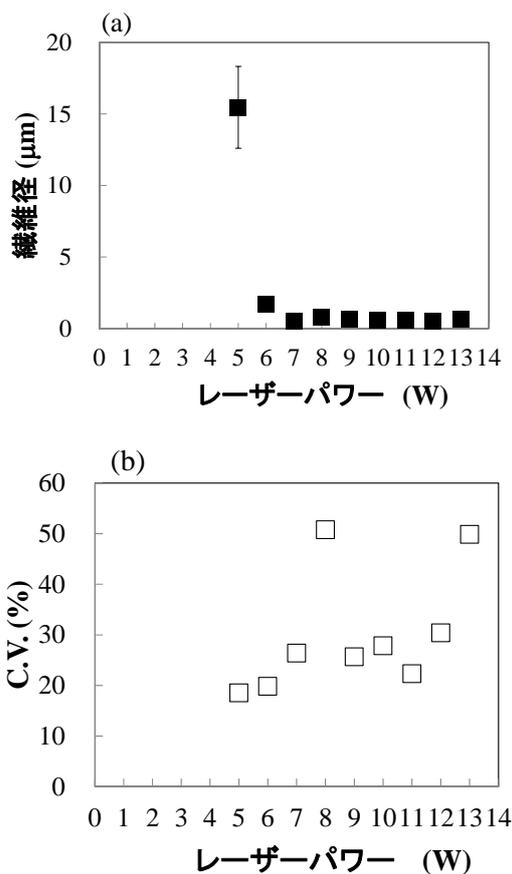


図2 LES 繊維の繊維径とレーザーパワーの関係: (a) 平均繊維径; (b) 直径変動係数 (C.V.)

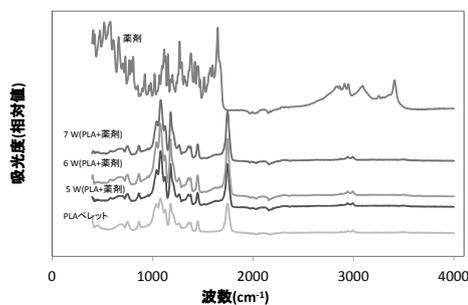


図3 赤外分光スペクトル

り、薬剤溶出速度が増大したためであると考えられる。

薬物放出速度式を適用して図4のデータへのフィッティングを行い、薬剤放出メカニズムについて検討した。その結果から、今回の試料では Higuchi's model の適合性が比較的高いことがわかった。

#### (4) SEM 観察

薬剤溶出試験時の LES 繊維の SEM 写真を図5に示す。312 h 溶出試験後の LES 繊維表面をみると、クラック(ひび割れ)が確認され、6 W でクラックや繊維表面がはがれている部分もあった。また7 W においても、繊維に切

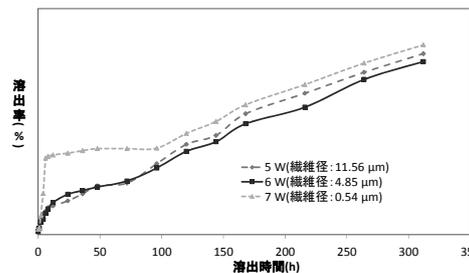


図4 薬剤溶出の経時変化

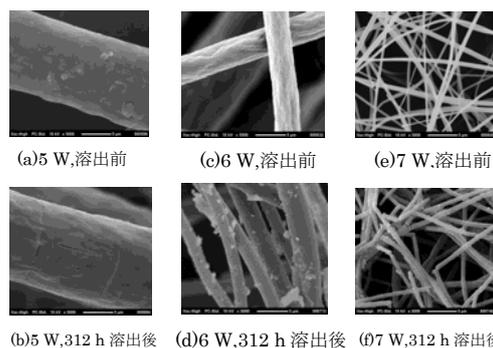


図5 LES 繊維の SEM 写真(5000 倍)

り込みがみられた箇所があった。これらの結果から長時間 PBS に繊維を浸漬することで、形態が変化することが示された。

#### (4) まとめ

高出力なレーザーパワー条件で、薬剤を含有した PLA ナノファイバーを作製することができ、薬剤の熱分解の影響はみられなかった。また繊維径を変化させることで、薬剤の徐放性を制御可能であることが見出され、衛生・医療用被服材料としての応用化の指針が得られた。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計0件)  
投稿準備中

[学会発表] (計1件)

- ① 高崎緑, 星沙代子, 吉澤未来, 福士夏実, 山口裕香, 大越豊, 平井利博, 小村育男, 「レーザーエレクトロスピニングによる薬剤含有 PLA 極細繊維の作製と薬剤溶出性」, プラスチック成形加工学会 成形加工シンポジウム'13, 2013.11/7-8, 岡山県倉敷市。

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況（計0件）

○取得状況（計0件）

〔その他〕  
ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

高崎 緑 (TAKASAKI Midori)  
宮城教育大学・教育学部・准教授  
研究者番号：00402149

### (2) 研究分担者

( )

研究者番号：

### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：