

氏 名	おかだ みちこ <b>岡田 倫子</b>
学位(専攻分野)	博 士 ( 工 学 )
学 位 記 番 号	博 甲 第 5 5 4 号
学位授与の日付	平成 22 年 3 月 25 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 1 項該当
研 究 科 ・ 専 攻	工芸科学研究科 生命物質科学専攻
学 位 論 文 題 目	<b>Structural Analysis of Keratin Fibers by Scanning Electron Microscopy Combined with Cross-Sectional Etching Technique</b> (繊維断面エッチング法と走査電子顕微鏡を組み合わせたケラ チン繊維の構造解析)
審 査 委 員	(主査)教授 木村良晴 教授 伊藤 孝 教授 浦川 宏 京都女子大学教授 上甲恭平

## 論文内容の要旨

羊毛繊維は、ぬれた状態で機械的な作用が加わると簡単にフェルト化や収縮を引き起こすため、通常の羊毛衣料を洗濯すると縮んでしまう。したがって、多くの羊毛繊維製品には、防縮加工が施されてきた。申請者は、市販の防縮加工羊毛である DCCA 加工 (DCCA: dichloroisocyanuric acid) およびクロイ加工された 2 種類の羊毛を洗濯すると、両者で繊維強度に違いが生ずることを見出した。しかしながら、繊維内部の組織構造の変化を評価する方法が確立されていなかったため、その原因を説明することができなかった。そこで、申請者は、羊毛サンプルに酵素分解、およびアルカリ加水分解を加えて走査電子顕微鏡 (SEM) 観察を行い、羊毛繊維の組織構造および防縮加工による繊維内部のダメージ部位を可視化する方法を開発する方法を開発した。また、この方法を羊毛繊維と同じケラチン繊維である毛髪に適用することで、毛髪の組織構造の判別、およびブリーチ処理によるダメージ部位を可視化することも検討した。本論文は、研究目的をまとめた序章と次の 4 章よりなる。

第 1 章：羊毛繊維の切片試料に、種々のタンパク質分解酵素を用いて酵素エッチング処理を施し、その断面の形態変化から、羊毛繊維の組織構造を判別することを試みた。また、同じ試料に対して、真空度を変えて SEM 観察することで、試料水分を保持した状態で断面観察を行った。その結果、酵素エッチング処理を施すことによって、これまで組織観察が不能とされてきた SEM 法により十分に羊毛組織構造の判別が可能であることを確認した。さらに、この酵素エッチング法を、過硫酸を用いた防縮加工羊毛繊維の解析に適用したところ、その加工によるダメージ部位が主に繊維の片側に集中している様子が可視化できた。この結果は、本法が加工に伴う羊毛組織構造の変化を評価するに効果的な方法であることを示している。

第 2 章：羊毛繊維断面に対し、水酸化ナトリウムを用いたアルカリエッチング処理を施し、その形態変化から、繊維内部の組織構造の判別を検討した。また、あらかじめ溶媒を用いて前処理を施し、繊維中の遊離脂質を抽出した羊毛繊維に対して同じアルカリエッチング処理を行った。

その結果、前処理した繊維断面試料の形態変化から、抽出溶媒中の水の有無により、形態変化が強められ、羊毛繊維の組織成分におよぼす前処理の影響を可視化できることを見出した。さらに、アルカリエッチング処理断面に対し、後処理を行うことによって、鮮明に組織構造を判別することが可能なこと、また、羊毛繊維の組織観察に通常用いられる透過電子顕微鏡（TEM）を用いても確認が困難であった細胞の輪郭も判別ができることを明らかにした。

第3章:DCCA加工およびクロイ加工といった塩素処理による防縮加工を施した羊毛繊維に対し、酵素エッチング法およびアルカリエッチング法を適用し、それぞれの加工による繊維内部の組織変化を可視化した。酵素エッチング法では、加工によるダメージ部位の特定ができ、第1章で行った過硫酸を用いた防縮加工羊毛とは異なり、ダメージが繊維全体に及んでいることが明らかにされた。また、アルカリエッチング法では、各加工による内部変化の違いが検出されたが、この違いは加工処理時の水の有無に基づくものであると考察した。このことは、羊毛繊維の均一な防縮加工に、重要な知見を与えるものである。

第4章:酵素エッチング法およびアルカリエッチング法を使用したSEM観察法により、羊毛繊維と同じケラチン繊維である毛髪構造解析を行った。毛髪繊維は、羊毛繊維に比較して、酵素分解性およびアルカリ分解性が低いため、エッチング条件の再検討を行い、酵素エッチング法に対しては処理時間の延長を、アルカリエッチングに対してはアルカリの種類を変えて毛髪組織構造の判別に適した条件を抽出した。その結果、毛髪においても微細構造の可視化ができることを確認した。また、これらの方法を、ブリーチ処理をほどこした毛髪断面の構造変化の可視化にも応用した。

## 論文審査の結果の要旨

申請者は、酵素処理およびアルカリ処理を加えた繊維サンプルを用いて走査電子顕微鏡（SEM）観察を行い、羊毛繊維の組織構造および防縮加工による繊維内部組織のダメージ部位を可視化する方法を開発することに成功した。これは、「羊毛繊維では、内部組織ごとに組成が異なるため、酵素分解性およびアルカリ加水分解性が異なる」という性質と「防縮加工による酸化反応部位は、ジスルフィド結合やペプチド結合の切断を受けて非ケラチン化するため、酵素分解性およびアルカリ加水分解性が高まる」という性質を巧みに利用したものである。そして、これら方法を適用して、DCCA加工およびクロイ加工を施した2種類の防縮加工羊毛に対して、繊維の内部組織構造の違いを解析することに成功した。この結果から、防縮加工工程における水の有無が、加工の均一性を左右するという重要な知見を得るに至った。また、これらの方法を毛髪構造解析にも適用し、組織構造の判別が効果的に行えることを示すとともに、ブリーチ処理を施した毛髪のダメージ部位の可視化にも有効であることを認めた。本博士論文の内容は申請者を筆頭著者とする次の論文に掲載（3報、予定を含）、もしくは投稿準備中（1報）である。

公表論文

1. M. Okada, Y. Kimura, M. Maekawa, and K. Joko, "SEM images of Cross Sectional Specimen of Wool Fiber Enzymatically Etched with Various Proteases", *Sen'i Gakkaishi*, **64**, 118 (2008).
2. M. Okada, Y. Kimura, and K. Joko, "Microstructural Analysis of Wool Fibers by SEM Images of Their Cross-Sections Etched by Alkali Treatment", *Sen'i Gakkaishi*, **65**, 246 (2009).

3. M. Okada, Y. Kimura, and K. Joko, “Morphological Analysis of Shrinkproof Wool Fibers by SEM Combined with Alkaline and Enzymatic Etching Techniques: Microstructural Differences of DCCA- and Kroy-Processed Fibers”, *Sen'i Gakkaishi*, **66** (5), in press (2010).
4. M. Okada, Y. Kimura, and K. Joko, “Morphological Analysis of Human Hair by SEM Combined with Alkaline and Enzymatic Etching Techniques”, in preparation.

他の公表論文

1. T. Okabe, K. Hamada, K. Soga, A. Nakamura, M. Okada, and K. Joko, “Effects of Domestic Alkaline Detergents on Strength and Elongation of Wool Fibers Shrink Proofed with Chlorine”, *Sen'i Gakkaishi*, **64**, 259 (2008).
2. T. Okabe, K. Hamada, K. Soga, A. Nakamura, M. Okada, and K. Joko, “Effects of Neutral Detergent on Strength and Elongation of Wool Fibers Shrink-proofed with Chlorine”, *Sen'i Gakkaishi*, **65**, 151 (2009).
3. A. Osaki, M. Okada, K. Yamamoto, and K. Joko, “Effect of Disulfide Bonds in Human Hair Fibers on the Melting Behavior of Their Crystalline Structure”, *Nippon Keshohin Gijutsusha Kaishi*, **43**, 86 (2009).