

研究種目：基盤研究（A）
研究期間：2006～2009
課題番号：18206079
研究課題名（和文） 静電紡糸法によるナノ粒子分散ポリマーナノファイバーの合成と応用

研究課題名（英文） Preparation of nanocomposite polymer nanofiber using electrospinning method and its applications

研究代表者

奥山 喜久夫 (OKUYAMA KIKUO)
広島大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：00101197

研究分野：工学

科研費の分科・細目：プロセス工学・化工物性・移動操作・単位操作

キーワード：ナノ粒子・ナノファイバー・静電噴霧法・フィルター・コンポジット材料

1. 研究計画の概要

本研究の目的は、気相および液相合成法により合成された大きさの揃った各種ナノ粒子を用いて、機能性ナノファイバー創製プロセスを構築することである。粒子径の揃った結晶性の高い各種ナノ粒子は、下記に示す方法で合成し、ファイバー化を検討する。

- (1) 噴霧火炎法を中心に、気相および液相合成法により、Au、Agなどの金属、SiO₂、TiO₂、(YAG:Ce)、Y₂O₃:Euなどの酸化物や GaN、BNなどの非酸化物で、これらの機能性のナノ粒子を合成法・合成条件の適切な選択のもとで合成する。
- (2) 製造されたナノ粒子を、30 μm以下の超微細媒体が利用可能な新規媒体攪拌型ビーズミルにより、モノマー溶液もしくは溶剤中に分散させ、ナノ粒子高分散化スラリー溶液を調製する。
- (3) ナノ粒子が均一に分散した溶液を用いる静電紡糸プロセスでは、ナノ粒子スラリーを帯電した微細ノズルに送り、ファイバー化と同時に重合させる静電紡糸法についての技術開発を行い、ナノ粒子が分散した PAN（ポリアクリロニトリル）、PVA（ポリビニルアルコール）などのポリマーコンポジットナノファイバーを製造する。同時に、ナノ粒子を添加せずに目的粒子が生成する原料溶液をモノマー中に加え、これを静電紡糸し、ナノ粒子を in-situ で合成するナノファイバーの製造についても検討する。
- (4) 製造されたナノファイバーの特性を制御することでフィルターを作製し、空気浄化用フィルターとしての適応性および白色 LED 用蛍光ナノコンポジット材料への応

用について検討する。

- (5) 静電紡糸法によりファイバーの生成が可能である原料溶液の物性や、静電紡糸の操作条件、合成されたファイバーの帯電特性、同時に発生するイオンやその他の特性について測定し、ナノ粒子を添加しない場合の特性と比較検討する。

2. 研究の進捗状況

これまでの研究により、気相および液相合成法により様々な金属 (Ag) や酸化物 (SiO₂、(YAG:Ce)、Y₂O₃:Eu、BaTiO₃ など) や非酸化物 (BN、AlCN など) の機能性のナノ粒子の合成に成功した。また、製造されたナノ粒子を 30 μm以下の超微細媒体の利用が可能な新規媒体攪拌型ビーズミルにより、モノマー溶液もしくは溶剤中に分散させ、ナノ粒子高分散スラリー溶液を調製した。そのナノ粒子高分散スラリー溶液を用いる静電紡糸プロセスでは、ナノ粒子スラリーを帯電した微細ノズルに送り、ファイバー化と同時に重合させる静電紡糸法についての技術開発を行い、ナノ粒子が分散したポリマーコンポジットナノファイバーの製造を行った。また、ナノ粒子を添加せずに、目的粒子を生成することが可能な原料溶液をモノマー中に加え、それを静電紡糸し、ナノ粒子を in-situ で合成するナノファイバーの製造についても検討した。具体的な材料としては、インジウムスズ酸化物（透明導電性材料）、Y₂O₃:Eu（蛍光材料）のナノ粒子を含むポリマー（PVP および PVA 溶液など）を静電紡糸し、加熱処理を行うことでファイバー内のポリマー成分を除去し、透明導電性ファイバーおよび蛍光体ファイバーを合成した。一方、製造されたナノファ

ファイバーの特性を制御することでフィルターを作製し、空気浄化用フィルターとしての適応性を検討した。また、より精密な操作条件でファイバーを作製するため、コンピュータで制御可能な静電紡糸装置を開発した。

3. 現在までの達成度

①当初の計画以上に進展している。

これまでの研究成果は、技術雑誌論文（計41件）、国内外での学会発表（計40件）、解説、図書（計8件）などが挙げられ、3年間で非常に多くの成果を発表している。以上より、本研究は当初の研究計画よりも大きく進展しており、十分な成果が得られたと言える。

4. 今後の研究の推進方策

今後の研究計画としては、静電紡糸法により目的とするファイバーの生成が可能である原料溶液の物性や、静電紡糸の操作条件、合成されたファイバーの帯電特性、同時に発生するイオンやその他の特性を調べ、ナノ粒子を添加しない場合の特性と比較検討を行う予定である。また、開発した静電紡糸の装置を用い、ファイバー生成のメカニズムの解明について検討する。

5. 代表的な研究成果

〔雑誌論文〕（計41件）

1. Purwanto, A., W.-N. Wang, T. Ogi, I. W. Lenggoro, E. Tanabe and K. Okuyama: High Luminance YAG:Ce nanoparticles Fabricated from Urea Added Aqueous Precursor by Flame Process, *J. Alloys Compd.*, 463, 350-357 (2008) 査読有
2. Inkyo, M., Y. Tokunaga, T. Tahara, T. Iwaki, F. Iskandar, C.J. Hogan, K. Okuyama: Beads Mill-Assisted Synthesis of Poly Methyl Methacrylate (PMMA)-TiO₂ Nanoparticle Composites, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 47(8), 2597-2604 (2008) 査読有
3. Munir, M. M., F. Iskandar, Khairurrijal and K. Okuyama: A constant-current electrospinning system for production of high quality nanofibers, *Rev. Sci. Instrum.*, 79 (9), 093904 (2008) 査読有
4. Munir, M. M., H. Widiyandari, F. Iskandar and K. Okuyama: Patterned indium tin oxide nanofiber films and its electrical and optical performance, *Nanotechnology*, 19, 375601 (2008) 査読有
5. Yun, K. M., C. J. Hogan, Y. Matsubayashi, M. Kawabe, F. Iskandar and K. Okuyama: Nanoparticle Filtration by Electrospun Polymer Fibers, *Chem. Eng. Sci.*, 62(17), 4751-4759 (2007) 査読有

〔学会発表〕（計40件）

1. A. Purwanto, H. Widiyandari, D. Hidayat, K. Okuyama, Fabrication of metal oxide nanoparticles from aqueous solutions by flame assisted spray pyrolysis, International aerosol symposium 2008, Kanazawa, Japan, 2008/8/20-22
2. 改發豊, F. Iskandar, 尹基明, M. Miftahul, 奥山喜久夫, Y₂O₃:Eu³⁺蛍光体ナノファイバーの製造及び特性評価, 化学工学会第73回年会, 静岡大学浜松キャンパス, 2008/3/17-19
3. 荻崇, 鷺見裕志, F. Iskandar, 奥山喜久夫, 木下洋平, 細川勝元, 竹内一貴, 粉体工学会秋期研究発表会, ビーズミルによるMMAへのTiO₂ナノ粒子の高濃度分散, コスモスクエア国際交流センター, 2007/10/16-17
4. T. Ogi, F. Iskandar, A. Yabuki, K. Okuyama, Synthesis of GaN nanoparticles by salt-assisted spray pyrolysis method and the photoluminescence property, 5th Asian Aerosol Conference, Kaohsiung, Taiwan 2007/8/26-30
5. K. M. Yun, C. J. Hogan, M. Yasuko, M. Kawabe, F. Iskandar, K. Okuyama, Nanoparticle filtration by electrospun polymer fibers. The 5th Asian Aerosol Conference, Kaohsiung, Taiwan, 2007/8/26-30

〔解説、図書〕（計22件）

1. F. Iskandar, 奥山喜久夫, エレクトロニクス・光学材料用途におけるナノ粒子の表面処理, 技術情報協会, ナノ粒子の自己組織化および配列技術, 207-217, (2008)
2. 荻崇, 改發豊, 奥山喜久夫, ナノ粒子の合成と機能性材料への応用展開, 未来材料, 8(6), 4-9 (2008)
3. 荻崇, 羽倉暢宏, 奥山喜久夫, 機能性ナノ粒子の合成と応用, ナノ学会会報, 6(2), 67-73 (2008)
4. 尹基明, F. Iskandar, 奥山喜久夫, 静電噴霧法によるポリマー粒子の合成と機能化, 化学工学会シンポジウム 80, 127-135 (2008)
5. 奥山喜久夫, 汪偉寧, アグス・プルワント, CMC, ナノ蛍光体の開発と応用, 65-74, (2007)

〔産業財産権〕

○出願状況（計1件）

1. 「繊維状体及びこれを利用した蛍光体」、奥山喜久夫, 矢吹彰広, フェリー・イスカシダ, 尹基明, 同上, 特願 2007-078882号, 2007年3月26日, 国内