

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 20 日現在

機関番号：82723

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420290

研究課題名(和文) 液晶/配向ナノファイバー複合体の構築とテラヘルツ波制御素子の実現

研究課題名(英文) Construction of liquid crystal / aligned nanofiber composite and its application for terahertz wave device

研究代表者

森武 洋 (Moritake, Hiroshi)

防衛大学校(総合教育学群、人文社会科学群、応用科学群、電気情報学群及びシステム工・電気情報学群・教授)

研究者番号：90531799

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：ネマティック液晶とエレクトロスピンニング法で作製した配向ナノファイバー複合素体を構築し、閾値電圧や電圧を除去したときの応答時間はナノファイバーの種類・直径及び密度に依存することを明らかにした。また、液晶分子とファイバーの平均距離と立ち下がり時間やナノファイバー密度と閾値電圧の関係がファイバーの種類と直径により決まることを明らかにした。

また、この複合体を用いて周波数が260～400 GHzのテラヘルツ波における透過型の移相器を提案し、位相変化量は液晶単体と比べ約半分に減少するものの、立ち下がり時間を約600分の1に減少できることを明らかにし、複合体のテラヘルツ波素子への応用の可能性を示した。

研究成果の概要(英文)：An aligned nanofiber (NF) was prepared using electrspinning method and the NF / nematic liquid crystal (NLC) composite was constructed. The influences of polymer material, NF volume ratio, and diameter on the electrical characteristics of NF/NLC composites were investigated. By increasing the NF volume ratio in the NF/NLC composite device, the decay time was significantly decreased. It was found that smaller NF diameter and higher NF volume ratio had a greater effect on improvement of the decay time, however, the threshold voltage of the composite device increased. A terahertz (THz) wave phase shifter using NF/NLC compisite was demonstrated. The phase shift value of the NF/NLC composite device was almost half but the decay time was achieved approximately 1/600 of the pure NLC device. The effectiveness of THz wave device using the NF/NLC compisite was clarified.

研究分野：光・電子デバイス工学

キーワード：ネマティック液晶 ナノファイバー エレクトロスピンニング 複合体 テラヘルツ波移相器

### 1. 研究開始当初の背景

ナノファイバーは直径が数～数 100 nm の高分子繊維であり、超比表面積効果などを有することから様々な分野での応用が期待されている。特に、エレクトロスピンニング法で作製されたナノファイバーは、ドラムコレクターを利用することにより一方向に配向したナノファイバーが実現可能である。我々は、配向したナノファイバーを配向膜とした液晶セルを構成することにより、ネマティック液晶を配向させることが可能であることを明らかにした。この様に液晶と配向ナノファイバーを相互作用を利用することにより、従来では実現できなかったデバイスが実現できる可能性がある。

一方、周波数が数 100 GHz～10 THz のテラヘルツ波は、通信の高速化、広帯域化やセキュリティ応用などその利用が増大しており、テラヘルツ波領域における制御デバイスが求められている。テラヘルツ波よりも低い周波数帯域であるマイクロ波やミリ波領域においては、液晶を用いた移相器など電磁波の制御に液晶を用いた研究が行われている。このため、液晶を用いてテラヘルツ波を制御する研究も始められているが、液晶セルを透過するデバイスの場合、液晶層の厚さが数 100 μm 以上は必要であり、通常のネマティック液晶を用いた場合は、電圧を除去したときの応答時間が 100 s 以上と非常に長く、応用上大きな問題となる。この様に、液晶層の厚さが 100 μm を超えるようなデバイスを実現するためには、液晶単体では応答時間の問題から現実的ではなく、液晶層の厚さが厚いデバイスに適した素子構造が望まれる。

### 2. 研究の目的

本研究では、配向ナノファイバーとネマティック液晶を複合化した複合体を構築する。このとき、厚さが 100 μm 以上の複合体を実現するとともに、100 μm 以上の厚さにおいても電圧を除去したときの応答時間を数 100 ms 以下とし、また電圧に対して応答し始める電圧である閾値電圧の増加を可能な限り低減し、実用上駆動可能な電圧範囲で動作可能な複合体を構築するため、ナノファイバーの種類や直径、密度の制御を行い、最適な複合条件を明らかにする。また、作製した配向ナノファイバー/ネマティック液晶複合体を用いたテラヘルツ波移相器を実現し、その動作特性を明らかにすることにより、配向ナノファイバー/ネマティック液晶複合体のテラヘルツ波デバイスへの有用性を明らかにする。

### 3. 研究の方法

前述した研究目的を実現するため、まずファイバーの種類・直径・密度による配向ナノファイバー/ネマティック液晶複合体の動作特性を明らかにする。ナノファイバーの作製には、エレクトロスピンニング装置を用い、

コレクタには回転可能なドラムコレクターを用いるとともに、配向性を高めるため、ノズル直下に金属製の突起構造を構築したものをを用いた。その概要を図 1 に示す。作製したナノファイバーは、SEM で配向性を確認するとともに、液晶セル内に配向ナノファイバーを積層した後に液晶を注入することにより配向ナノファイバー/ネマティック液晶複合体を構築した。作製した複合体はロックインアンプを用いた誘電測定系により、閾値電圧特性や応答時間特性の測定を行った。

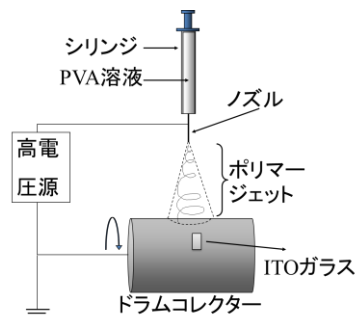


図 1 エレクトロスピンニングの概要

この様にして、閾値電圧の増加が実用上許容可能な範囲で応答特性を改選した複合体を構築し、PET フィルムを基板とする素子を作製し、テラヘルツ波測定装置を用いて 260～400 GHz のテラヘルツ波に対する応答特性を測定した。

### 4. 研究成果

ポリマーとしてポリビニルアルコール (PVA) 水溶液を用いて配向ナノファイバーを作製したときの SEM 像を図 2 に示す。この図からわかるように一部のファイバーが配向方向からずれているものの、概ねファイバーが配向していることが確認できる。

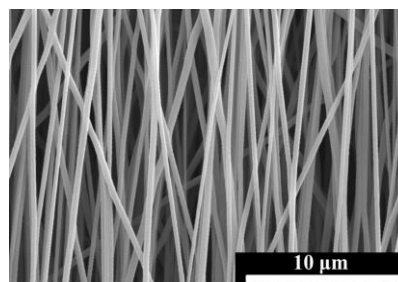


図 2 PVA(重合度 1500)を用いて作製した配向ナノファイバー(平均直径 330 nm)

この様にして作製したナノファイバーを厚さが 50 μm のスペーサを介して ITO ガラスで挟み、液晶セルを構成し、液晶を注入することにより複合素子を作製した。この複合素子に電圧を印加したときの誘電率変化を測定し、誘電率の印加電圧特性及び応答時間特性を測定した。図 3 に、誘電率の印加電圧依存性、立ち上がり時間及び立ち下がり時間の印加電圧依存性の測定結果を示す。このとき、ナノファイバーの積層時間を変化させる

ことによりナノファイバーの密度を変化させており、また比較のため液晶単体の測定結果もあわせて示している。この図の結果から、閾値電圧はナノファイバーの密度を増加させると増加し、立ち上がり時間は複合化に伴って若干増加するが、立ち下がり時間が複合化によって大幅に減少することが確認できた。

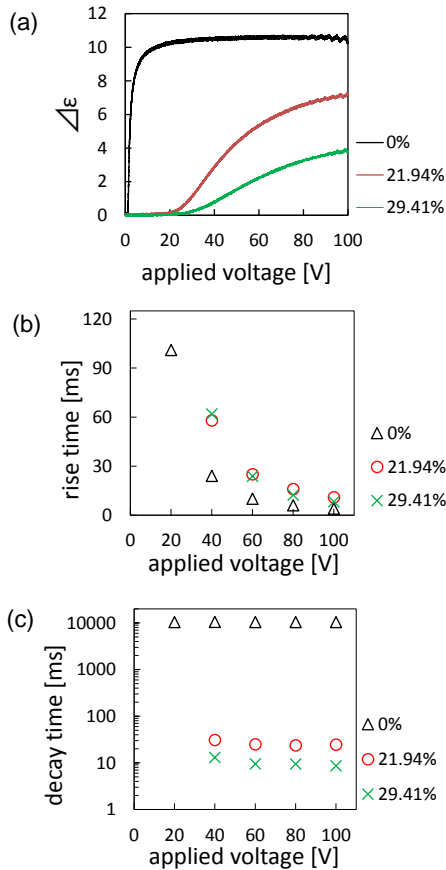


図3 PVA 配向ナノファイバー／ネマティック液晶複合素子 (厚さ 50  $\mu\text{m}$ ) の (a) 誘電率変化、(b) 立ち上がり時間及び (c) 立ち下り時間の印加電圧依存性

次にファイバー材料をポリアクリロニトリル(PAN)に変え、スピニング条件によりファイバー直径を2種類変えて同様の測定を行った。これらの結果をまとめるため、各ナノファイバーにおいて、密度を変化させたときの液晶分子から見たファイバーまでの平均距離を計算し、その平均距離に対する立ち下り時間をプロットした結果を図4に示す。この図は両対数グラフで示しているが、ファイバーの種類と直径が同じであれば、立ち下り時間は平均距離の増加、すなわち密度の低下に伴って増加する。このとき、近似直線は傾き2であり、平均距離の2乗に比例することが確認でき、ナノファイバーの種類と直径が決まれば、密度と応答時間の関係が決まることが明らかとなった。

一方、ナノファイバーの密度と閾値電圧をプロットした結果を図5に示す。この図から

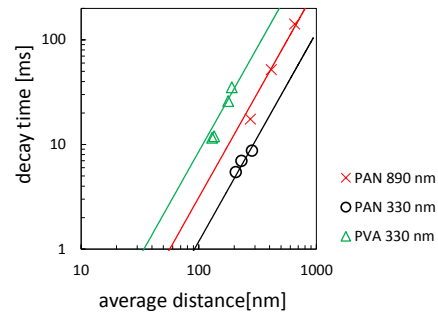


図4 液晶分子とナノファイバーとの平均距離と立ち下り時間の関係

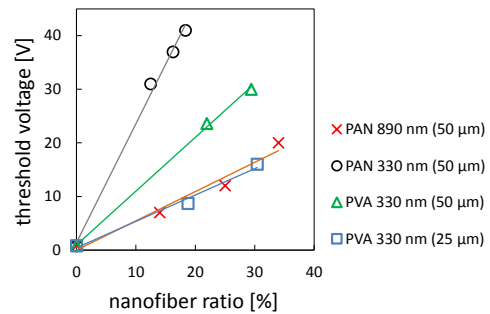


図5 複合素子のナノファイバーの体積比と閾値電圧の関係

閾値電圧はナノファイバーの種類と直径が決まればナノファイバーの密度に比例することが確認できた。これらの結果を利用することにより、ナノファイバーの種類と直径を決定することにより、密度の制御により閾値電圧を立ち下り応答時間が決定できることが明らかとなった。

厚い液晶層を有する素子の、立ち下り時間を短縮する方法としては、液晶に少量の重合性モノマーを添加し、液晶状態で重合する

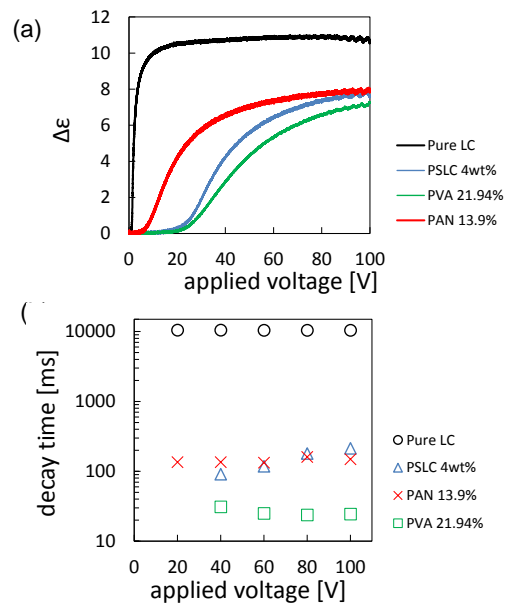


図6 高分子安定化液晶と複合素子の比較 (a) 誘電率変化及び (b) 立ち下り時間の印加電圧依存性

高分子安定化液晶が知られている。この方法と配向ナノファイバー／ネマティック液晶複合素子の特性を比較するために、同じ厚さが 50  $\mu\text{m}$  において比較を行った結果を図 6 に示す。4 wt%のモノマーを添加したときの高分子安定化液晶と同じ閾値電圧を有するものが体積比 21.9%の PVA ナノファイバーを用いた複合素子であり、高分子安定化液晶と同じ立下り時間を有するものが体積比 13.9%の PAN ナノファイバーの結果である。これらの結果を比較すると、高分子安定化液晶と同じ閾値を有する複合素子の場合には立ち下がり時間がおよそ 8 分の 1 に減少しており、また同じ応答時間の場合には高分子安定化液晶と比べ複合素子の閾値電圧が 7 分の 1 に減少していることから、高分子安定化液晶と比べ本研究で構築した配向ナノファイバー／ネマティック液晶複合素子の方が閾値の増加を抑えながら応答時間を短縮しており、特性が良いことが確認できた。

最後に、配向ナノファイバー／ネマティック液晶複合素子を用いて透過型のテラヘルツ波移相器を作製し特性の評価を行った。本素子の厚さは 188  $\mu\text{m}$  のスペーサを用いて複合素子を作製した。図 7 に液晶単体と複合素子のテラヘルツ波位相変化量と立ち下がり時間の印加電圧依存性を示す。この図からわかるように、複合素子を用いることにより、位相変化量は約 2 分の 1 に減少しているが、立下り時間が 170 s から 290 ms と大幅に短縮できており、複合素子による応答時間短縮効果が確認できた。また、閾値電圧も約 30 V であり、実用可能な電圧で位相変化が飽和していることも確認でき、本研究の目的である厚い液晶層を有する素子において、閾値電圧の増加を抑えつつ立下り時間の短縮を図るという目的が、配向ナノファイバー／ネマティック液晶複合素子により達成できた。

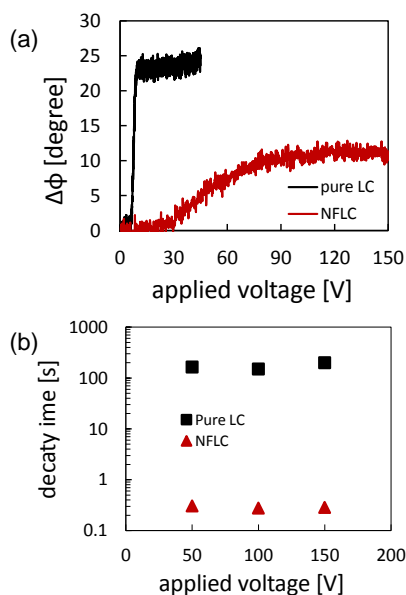


図 7 複合素子を用いたテラヘルツ波移相器の (a) 位相変化量及び (b) 立ち下がり時間の印加電圧依存性

## 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 7 件)

- ① Van Bao Bui, 井上 曜, 樋口博紀, 菊池裕嗣, 森武 洋, “光重合型高分子安定化ネマティック液晶によるマイクロストリップ線路型マイクロ波ミリ波移相器の応答改善”, 電気学会論文誌 A, Vol.137, pp.356-362 (2017), DOI: 10.1541/ieejfms.137.356.
- ② Toan Quoc Duong, Hiroaki Kobayashi, Yo Inoue, Hiroshi Moritake, “Improved response time of thick liquid crystal device by using electrospun nanofiber”, Japanese Journal of Applied Physics, Vol.56, pp.061701-1~7 (2017), 査読有, DOI: 10.7567/JJAP.56.061701.
- ③ Yo Inoue, Mayo Hattori, Hiroshi Moritake, “Thickness-independent dynamics in cholesteric liquid crystals”, Optics Express, Vol.25, pp.3566-3577 (2017), 査読有, DOI: 10.1364/OE.25.003566.
- ④ Toan Quoc Duong, 尾崎良太郎, 井上曜, 森武 洋, “ネマティック液晶／ナノファイバー複合素子の電気的光学的特性”, 電気学会論文誌 A, Vol.136, pp.704-709 (2016), 査読有, DOI: 10.1541/ieejfms.136.704.
- ⑤ Yo Inoue, Hiroshi Moritake, “Dynamic control of colorful reflection toward practical cholesteric liquid crystal displays”, Optics Express, Vol.24, pp.23027-23036 (2016), 査読有, DOI: 10.1364/OE.24.023027.

[学会発表] (計 2 2 件)

- ① 森武 洋, 小林寛, ドン・クオック・トアン, 井上 曜, “配向ナノファイバー／ネマティック液晶複合素子を用いたテラヘルツ波位相制御”, 第 64 回応用物理学会春季学術講演会, 17p-416-8, 2017 年 3 月, パシフィコ横浜(神奈川県・横浜市).
- ② 鈴木美穂, 井上 曜, 森武 洋, “液晶装荷マイクロ波・ミリ波伝送線路における液晶分子の運動解析”, 第 64 回応用物理学会春季学術講演会, 17p-P4-28, 2017 年 3 月, パシフィコ横浜(神奈川県・横浜市).
- ③ Toan Quoc. Duong, Yo, Inoue, Hiroshi Moritake, “Characteristics of various nanofiber / liquid crystal composite devices”, 第 26 回日本 MRS 年次大会,

D2-O20-003, 2016年12月, マツ・ムラホール(神奈川県・横浜市).

- ④ ドン・クオック・トアン, 尾崎良太郎, 井上 曜, 森武 洋, “厚い液晶素子の応答特性に与えるナノファイバーの影響”, 第77回応用物理学会秋季学術講演会, 15a-B5-5, 2016年9月, 朱鷺メッセ(新潟県・新潟市).
- ⑤ 小林寛昌, 森武 洋, “液晶を用いたテラヘルツ波の位相制御に関する研究”, 第77回応用物理学会秋季学術講演会, 14a-P5-3, 2016年9月, 朱鷺メッセ(新潟県・新潟市).
- ⑥ ドン・クオック・トアン, 井上 曜, 森武 洋, “積層ナノファイバーを用いた液晶複合素子の作製とその応答特性”, 2016年日本液晶学会討論会, 2A07, 2016年9月, 大阪工業大学(大阪府・大阪市).
- ⑦ Toan Quoc Duong, Ryotaro Ozaki, Yo Inoue, Hiroshi Moritake, “Response Characteristics of Nanofibers / Nematic Liquid Crystal Composite Device”, The 26th International Liquid Crystal Conference, ILCC2016-608, 2016年8月, Kent (Ohio, USA).
- ⑧ ドン クオック トアン, 尾崎良太郎, 井上 曜, 森武 洋, “配向ナノファイバーによる厚い液晶デバイスの応答時間改善”, 第63回応用物理学会春季学術講演会, 20p-W242-13, 2016年3月, 東京工業大学(東京都目黒区).
- ⑨ ドン クオック トアン, 尾崎良太郎, 井上 曜, 森武 洋, “ナノファイバー/液晶複合素子のナノファイバー密度制御による応答時間短縮”, 第76回応用物理学会秋季学術講演会, 15a-PB2-19, 2015年9月, 名古屋国際会議場(愛知県・名古屋市).
- ⑩ ドン クオック トアン, 尾崎良太郎, 井上 曜, 森武 洋, “ナノファイバー/液晶複合素子のファイバー密度と応答時間の関係”, 2015年日本液晶学会討論会, PB68, 2015年9月, 東京工業大学(神奈川県・横浜市).

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

森武 洋 (MORITAKE, Hiroshi)  
防衛大学校・電気情報学群・教授  
研究者番号: 90531799

### (2) 研究協力者

ドン・クオック・トアン (DUONG, Quoc Toan)  
防衛大学校・理工学研究科後期課程・学生