

PVA のエレクトロスピンングにおけるビーズ発生

04520122 角前 洋介

【緒言】

エレクトロスピンングとは、高分子溶液、又は高分子溶融体に高電圧を印加することによって、超極細繊維による繊維構造体を作製する技術である。この技術によって作製される繊維は、通常の紡糸法である溶融紡糸や溶液紡糸に比べて非常に細い繊維径と、非常に大きな表面積を持つ。これらの特性は、超高性能フィルターや人工臓器（血管や尿管）などの医学用途や電池のセパレータ、濾過膜など、様々な応用が期待されている。

エレクトロスピンングの問題点は、ある程度以上繊維径を細くしようとすると、ビーズと呼ばれる球状の物体が発生し、製品の機能を著しく低下させることである。そのため、現段階では繊維径が数百ナノメートル以上というビーズが発生し難い領域で製品開発が行われている。エレクトロスピンングの研究は近年指数関数的に増えているが、新規材料の適用や応用を模索した研究が多数を占め、基礎的な研究は余り行われておらず、ビーズの発生メカニズムは解明されていない。そこで、本研究では、エレクトロスピンングにおける様々な因子（濃度、分子量、電場強度、電荷量）がビーズ発生に与える影響について調べ、ビーズ発生に関わる重要な因子を決定することを目的とする。

【実験】

・ **試料：** エレクトロスピンングにはポリビニルアルコール (PVA) 水溶液を用いた。PVA は表 1 に示したような重量平均分子量の異なる 4 種類を用意した。

・ **実験：** 主な実験は以下に示した 4 種類の実験を行った。

1. **濃度の影響：** PVA2 を用いて、水溶液濃度が 15、20、25、30wt% になるように調整した。エレクトロスピンングは印加電圧 12kV、極板間距離 10cm、湿度 50~60% で行い、その後、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて繊維形状を観察した。

2. **分子量の影響：** 濃度を变化させると粘度も変化するので水溶液の粘度を同じにする為に、PVA1 を 31wt%、PVA2 を 25wt%、PVA3 を 13wt%、PVA4 を 10wt% の濃度に調整した。エレクトロスピンングは前の実験と同じ条件で行った。

3. **電場強度の影響：** PVA2、15wt% の水溶液を用いて、電場強度を 0.9~2.4kV/cm に変化させて紡糸を行った。

4. **電荷量の影響：** PVA2、15wt% の水溶液を用いて、電場強度 0.9kV/cm になるように印加電圧 9、13.5、18kV、極板間距離 10、15、20cm のそれぞれに設定して紡糸を行った。電荷量は紡糸中の収集板とアースの間に流れる電流を測定することにより求めた。装置図を Fig.1 に示す。

Table1 Mw of samples

試料名	重量平均分子量
PVA1	13,000 ~ 23,000
PVA2	31,000 ~ 50,000
PVA3	85,000 ~ 124,000
PVA4	146,000 ~ 186,000

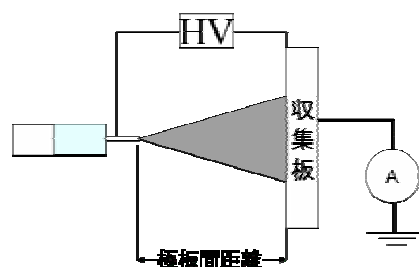


Fig.1 Scheme of electrospinning apparatus.

[結果と考察]

1. **濃度の影響** それぞれの濃度での SEM 写真を Fig.2 に示す。この結果から、濃度が高くなると、ビーズが発生しなくなることが分かる。これは、濃度が高くなるにつれて分子鎖の絡み合いが増え、粘度が上昇した為に変形が安定したからである。
2. **分子量の影響** それぞれの分子量での SEM 写真を Fig.3 に示す。この結果から、粘度が同じ場合でも、分子量が高くなるとビーズが発生しないことが分かる。これは、分子量が高い方が、分子鎖が絡み合いやすい為に変形が安定したからである。このことから、ビーズ発生には溶液粘度よりも絡み合いが関係していることが分かった。
3. **電場強度の影響** それぞれの電場強度での SEM 写真を Fig.4 に示す。この結果から電場強度が強いとビーズが発生することが分かった。これは、電場強度が強い、つまりは試料にかかる張力が大きすぎる為に変形が安定しないことが原因だと考えられる。
4. **電荷量の影響** 5cm、4.5kV では紡糸が不可能で、何も観察されなかった。それ以外の条件での、それぞれの印加電圧、極板間距離での SEM 写真を Fig.5 に示した。その時の電流測定の結果を Fig.6 に示した。これらの結果から、電場強度が同じ場合でも、印加電圧や極板間距離によって、試料中を流れる電流値、すなわち電荷量が異なり、張力($F=qE$)の変化によりビーズが発生することが分かった。

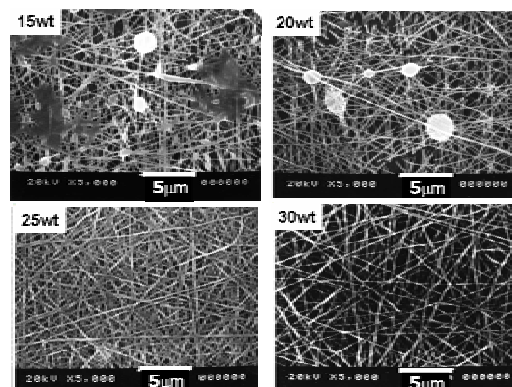


Fig.2 SEM images of electrospun fibers at different concentration.

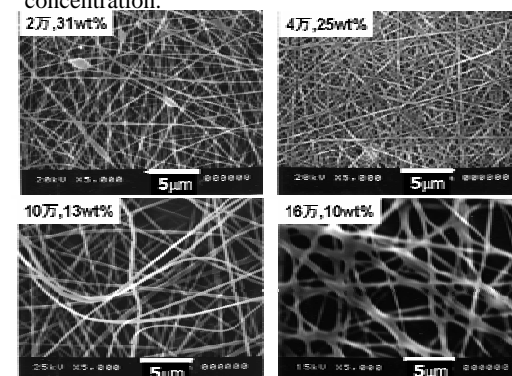


Fig.3 SEM images of electrospun fibers at different molecular weight. Samples are prepared to be same viscosity.

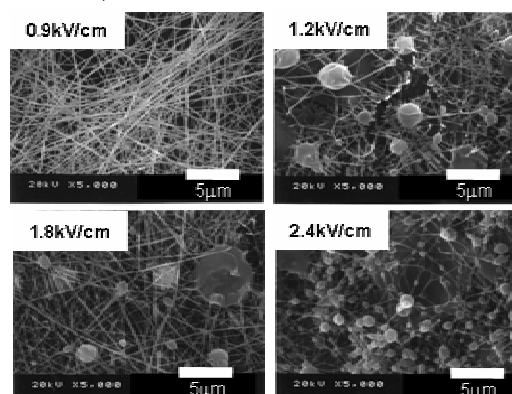


Fig.4 SEM images of electrospun fibers at different electric field.

[結論]

エレクトロスピニングにおけるビーズ発生を左右する重要な因子は張力と分子鎖の絡み合いであることが分かった。

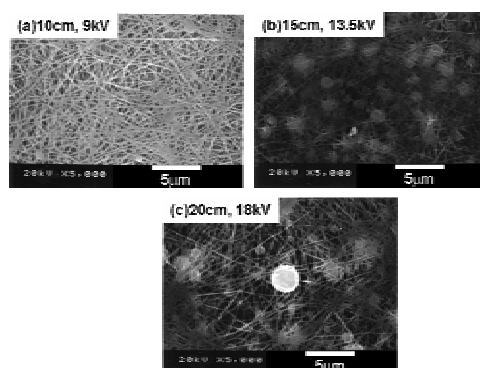


Fig.5 SEM images of electrospun fibers at same electric field (0.9kV/cm).

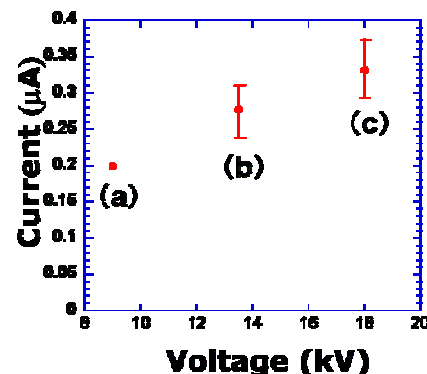


Fig.6 Currents of samples at same electric field (0.9kV/cm).