

平成22・23年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「天然高分子原料を使用した微細繊維複合不織布の開発」

研究開発成果等報告書

平成24年 3月

委託者 四国経済産業局

委託先 財団法人えひめ産業振興財団

目次

第1章 研究開発の概要	
1-1 研究開発及び目標	1
1-2 研究体制 (研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)	2
1-3 成果概要	5
1-4 当該研究開発の連絡窓口	5
第2章 高分子溶液調整	
2-1 高分子溶液作製	6
2-2 原料及び紡糸したナノファイバーのキトサン分子量測定	6
第3章 基材不織布の選定	
3-1 既存不織布からの選定	9
3-2 不織布の開発	9
第4章 ナノファイバー紡糸条件の確立	
4-1 ナノファイバー紡糸	10
第5章 生産性検証	
5-1 生産速度の検証	11
5-2 連続生産の検証	11
第6章 製品化検証	
6-1 加工適性の検証	12
6-2 製品性能の評価	12
第7章 全体総括	
7-1 複数年の研究開発成果	18
7-2 研究開発後の課題・事業化展開	18

第1章 研究開発の概要

1-1 研究目的及び目標

1) 研究の目的

本研究では、医療用創傷被覆材やフェイスマスク、HEPAフィルターを対象に、キトサンやシルク、生分解性素材であるポリ乳酸、高い耐熱性を有するナイロンを原料として、高機能・高品質なナノファイバー複合不織布を連続的に安定して、かつ低コストで製造するプロセスを開発することを目的とする。

2) 研究の概要

医療用創傷被覆材は、感染を防止し、より早く治し、より皮膚への刺激が少なく、より柔軟であることが要望されている。これに対応するには、創傷側シートにキトサン等の生体適合原料を使用し、更にナノ化することで密着性、保湿性にも優れ最良と考える。そこでナノファイバー紡糸技術を高度化し、安定で低コスト化した天然高分子ナノファイバー複合不織布の製造技術を確認する。この技術を応用し美容用フェイスマスク、生分解性フィルターの研究開発も行う。

3) 実施内容

①高分子溶液作製

キトサン、シルク、およびポリ乳酸についての高分子溶液の調合およびラボ試験機における紡糸試験に取り組みを行い、その結果を基にパイロット機における連続紡糸が可能な高分子溶液の調製を行なう。

②基材不織布の選定

ナノファイバー紡糸およびナノファイバーを活用した不織布製品の用途に適した基材不織布の選定を行う。

②-1：既存不織布からの選定

用途に適合した基材となる不織布を既存製品の中から選定する。

②-2：不織布の開発

基材不織布としてナノファイバーの紡糸の安定性が向上するなど最適な不織布の開発を愛媛県産業技術研究所紙産業技術センターが所有する多目的不織布製造装置を活用し検討する。

③ナノファイバー紡糸条件の確立

キトサン原料についてパイロット機による紡糸試験を行い、ラボ試験機による紡糸試験との比較を行なう。シルクおよびポリ乳酸についても同様の試験を行い、最適な紡糸条件を検討する。

③-1：ナノファイバー紡糸

①および②の高分子溶液、基材を使用し、パイロット機によりナノファイバーを紡糸する。このとき印加電圧、電極間距離、紡糸室内の温度・湿度などを調整し、最適な紡糸条件を検討する。

作製したナノファイバー複合不織布は、電子顕微鏡により表面形態や繊維径などを測定する。

④生産性検証

各種原料について、生産速度および連続生産の検証を行う。

④-1：生産速度の検証

パイロット機は目標速度に到達できるか検証し、濃度、粘度を考慮した最適な高分子溶液を作製し、紡糸に適した条件を検討する。

④-2：連続生産の検証

設備の汚れによる不具合の状況などを把握・検証し、連続運転可能となるように濃度、粘度を考慮した最適な高分子溶液を作製し、紡糸に適した条件を検討する。

⑤製品化検証

試作したナノファイバー複合不織布について、加工適性検証及び製品性能評価を行う。

⑤-1：加工適性の検証

創傷被覆材、美容用フェイスマスクとして打ち抜き加工、ナノファイバー複合不織布が既存不織布製品でそれぞれの用途に使用されている不織布と同等の加工適性となることを検証する。

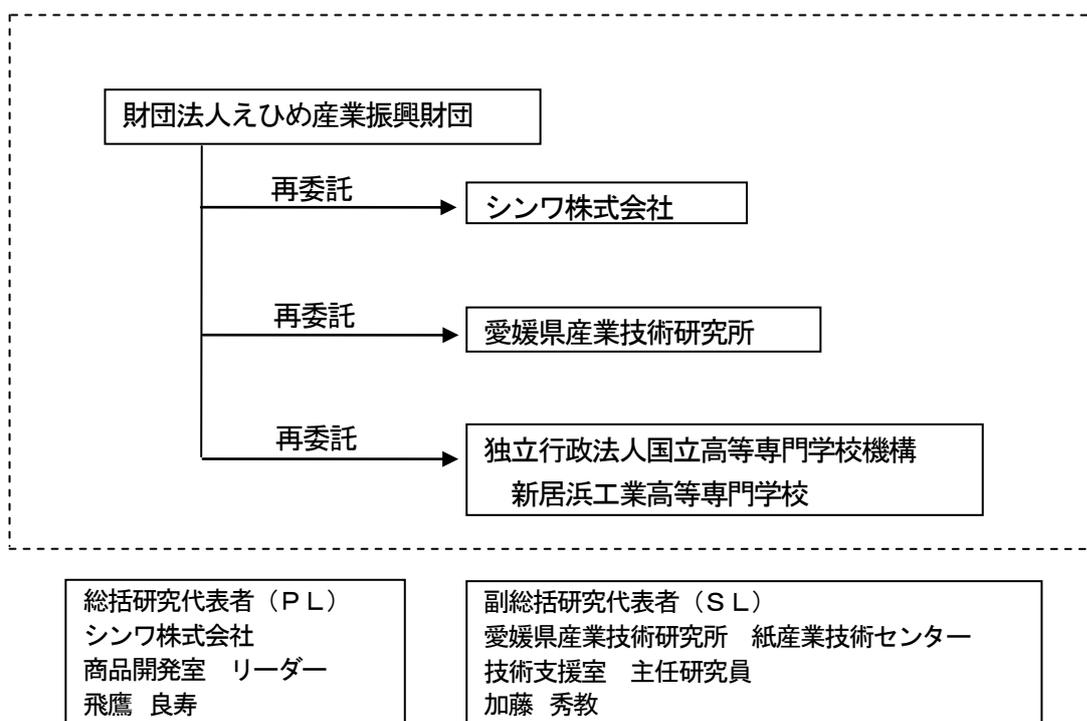
⑤-2：製品性能の評価

創傷被覆材、美容用フェイスマスクとして加工したナノファイバー複合不織布は、肌へのフィット感、肌触り感、風合い（心地よい柔らかさ）についてモニターテストを行う。また、フィルター用として加工したナノファイバー複合不織布については、粒子透過率、圧力損失を測定することによりフィルター性能評価を行う。

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

(1) 研究組織及び管理体制

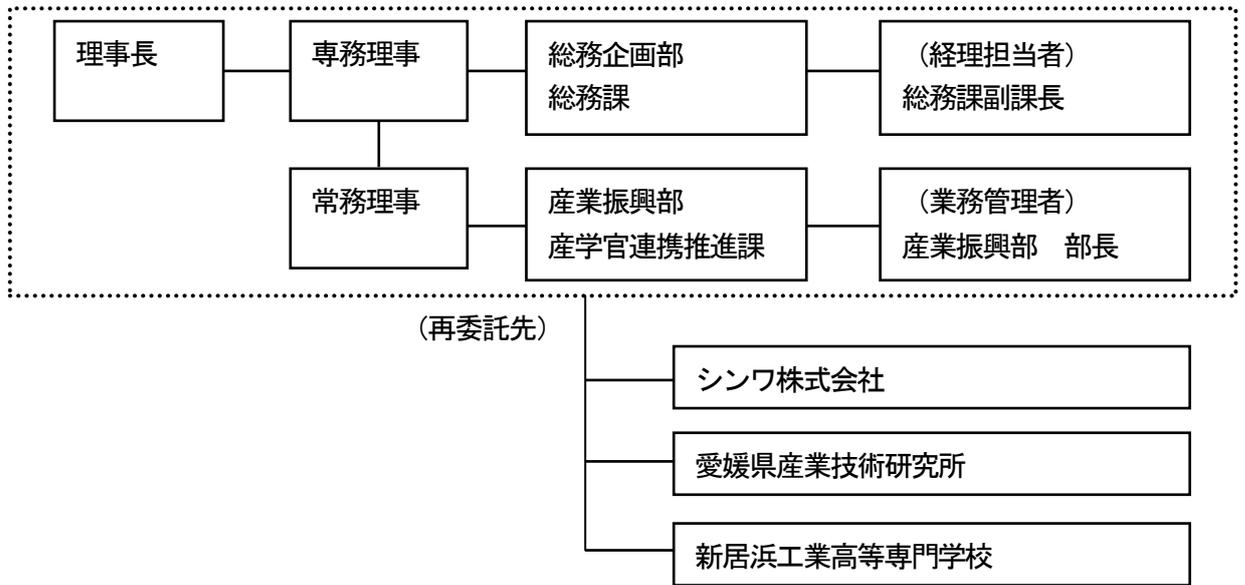
1) 研究組織（全体）



2) 管理体制

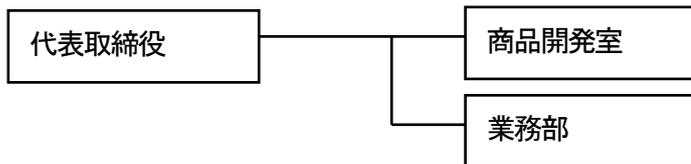
①事業管理者

財団法人えひめ産業振興財団

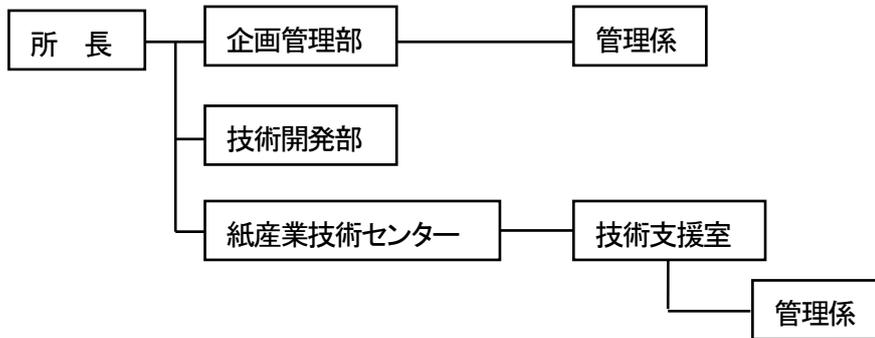


②再委託先

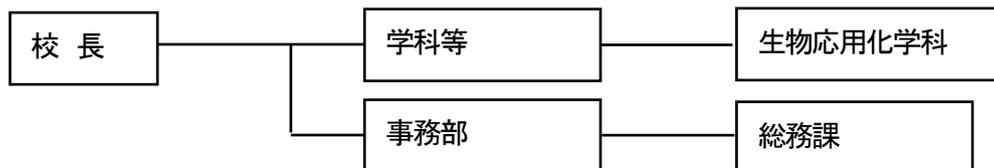
シンワ株式会社



愛媛県産業技術研究所



独立行政法人国立高等専門学校機構 新居浜工業高等専門学校



(2) 管理員及び研究員

【総括研究代表者（PL）】

氏名	所属・役職
飛鷹 良寿	シンワ株式会社 商品開発室 リーダー

【事業管理者】 財団法人えひめ産業振興財団

管理員（プロジェクト管理員）

氏名	所属・役職
坂本 直孝	産業振興部 部長
青野 洋一	産業振興部 産学官連携推進課 課長
清家 さつみ	総務企画部 総務課 副課長
木下 学	産業振興部 産学官連携推進課 担当係長
柘見 圭太	産業振興部 産学官連携推進課 主任
松島 正	産業振興部 産学官連携推進課 主任
小平 琢磨	産業振興部 産学官連携推進課 主任

【再委託先】

シンワ株式会社

氏名	所属・役職
飛鷹 良寿	商品開発室 リーダー
永峰 圭	商品開発室
信藤 啓一郎	商品開発室
古味 光紗	商品開発室

愛媛県産業技術研究所

氏名	所属・役職
新谷 智吉	技術開発部 主任研究員
中村 仁	技術開発部 研究員
高橋 雅樹	紙産業技術センター 技術支援室 主任研究員
加藤 秀教	紙産業技術センター 技術支援室 主任研究員
西田 典由	紙産業技術センター 技術支援室 主任研究員

独立行政法人国立高等専門学校機構 新居浜工業高等専門学校

氏名	所属・役職
中川 克彦	生物応用化学科 主任・教授

1-3 成果概要

キトサン原料を中心に開発を進めることを決定し、その他は優先順位としてシルク、次にポリ乳酸として本研究を進めた。

①高分子溶液の作製

キトサン原料については、高分子溶液を調合してナノファイバー紡糸試験を行い、紡糸に適した条件を確立した。

②基材不織布の選定

用途に応じた不織布の選定および開発を行なった。基材不織布の選定においては、既存不織布製品から選定した。

<美容用フェイスマスク>

評価を進める中で打ち抜き加工時と取り扱い時にナノファイバーが剥離して破損してしまう課題があった。この課題を解決するために既存不織布製品から選定し、その基材不織布が美容用フェイスマスクに適していることがわかった。

<創傷被覆材>

基材不織布を開発した。吸水量は綿ガーゼと同等であった。

③ナノファイバー紡糸条件の確立

キトサンナノファイバーをラボ機で検証した条件からパイロット機で紡糸を行い、紡糸条件を確立した。

④生産性検証

パイロット機にて連続生産テストを行い、紡糸状態を検証した。

⑤製品化検証

美容用フェイスマスクにおいてキトサンナノファイバー複合不織布は従来の美容用フェイスマスク用不織布と同様の加工が可能であり、加工適性を向上させることができた。モニターテストでは密着性が高く、肌へのフィット性が向上したとの評価を得た。ナノファイバーの剥離や破損がなく肌へ貼り付けることができるため使用感と取り扱い性が向上した。

パイロット機にて作製したナノファイバー複合不織布表面における摩擦係数及び表面粗さ評価では、基材不織布に比べて密着性及び平滑性が高いことがわかり、肌触り感や密着性が重要視される美容用フェイスマスク用途として適していることを確認した。

作製したナノファイバーの基材繊維層に対する含有率、厚みを非破壊、迅速、簡便に評価できる分析法として、顕微レーザーラマン分光光度計が最も優れた方法であることを見出した。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

財団法人えひめ産業振興財団（最寄りの駅：伊予鉄バス「テクノプラザ愛媛口」バス停）

連絡担当者名・所属役職：産学官連携推進課 課長 青野 洋一

〒791-1101 愛媛県松山市久米窪田町 337-1

TEL:089-960-1100 FAX:089-960-1105

E-mail : s-info@ehime-iinet.or.jp

第2章 高分子溶液調整

2-1 高分子溶液作製

選定したキトサン原料を溶解させ高分子溶液を作製した。作製した高分子溶液を用いて印加電圧、電極間距離など紡糸条件の調整をして紡糸を行った。(図1参照)

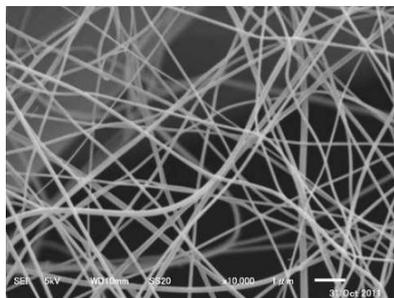


図1 ナノファイバーの状態

2-2 原料および紡糸したナノファイバーのキトサン分子量測定

キトサン原料の分子量分布について GPC システムを用いて測定した。GPC の溶離液は、0.5M 酢酸+0.5M 酢酸ナトリウム水溶液を用いた。結果を表1に示す。また、キトサンの分子量分布曲線を図2に示す。ここで、Mn は分子量分布曲線の数平均分子量、Mw は分子量分布曲線の重量平均分子量、MP はピーク頂点におけるピーク分子量を表している。

表1 ナノファイバー原料の分子量分布

原材料名	Mn	Mw	MP
キトサン	72890	122841	141197

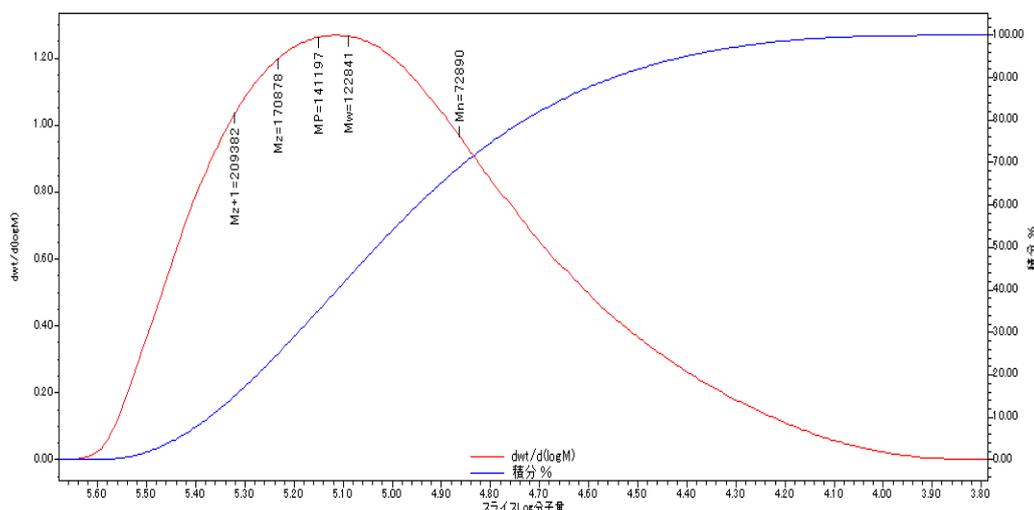


図2 キトサンの分子量分布曲線

次に、紡糸したナノファイバー不織布中に、目付け量通りのキトサンが含まれているかを確認する為に、原料溶液による検量線から、ナノファイバー不織布中のキトサン濃度の定量を試みた。

まず、紡糸したナノファイバー不織布を、0.5M 酢酸+0.5M 酢酸ナトリウム水溶液に再溶解し、分子量分布を測定した。結果を図3に示す。

次に、原料であるキトサンの、0.005%、0.01%、0.02%溶液を調製し、それぞれの分子量分布を測定した結果を表2に示す。

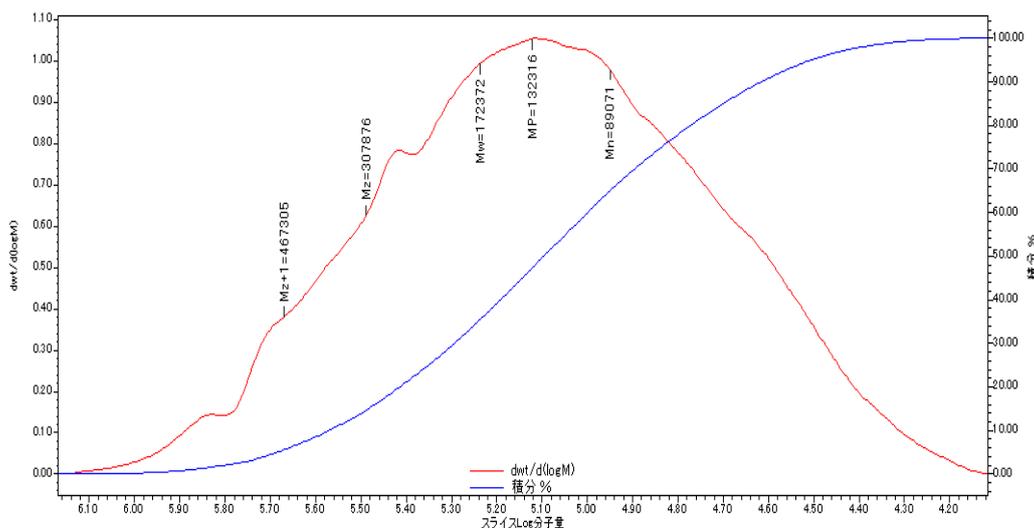


図3 再溶解ナノファイバー溶液の分子量分布曲線

表2 各成分の分子量分布

試料名	Mn	Mw	MP	ピーク面積
キトサン0.005%	54027	121370	137754	611457
キトサン0.01%	34828	164039	128183	1295603
キトサン0.02%	44862	158553	143412	2828835
NF	89071	172372	132316	755574

図2及び図3の結果より、横軸の範囲が異なる事から、一見、分子量分布が変化したように見えるが、Mn及びMPの値については、ナノファイバーを再溶解した場合においても、大きな差は見受けられなかった。しかしながら、Mwの値は大きく変化していた。この結果は、原料であるキトサンの溶液中に比べ、再溶解したナノファイバー溶液に含まれる低分子断片が、少なくなっている事を示唆している。

次に、検量線及び、各成分の溶出曲線を重ね描きしたデータを、図4及び5に示す

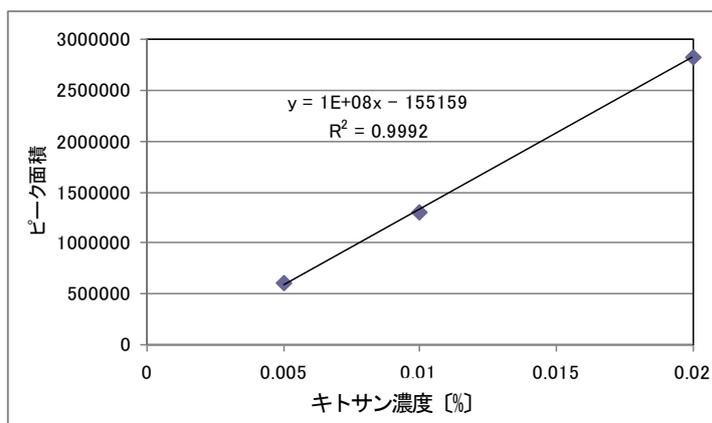


図4 ピーク面積から作成したキトサンの検量線

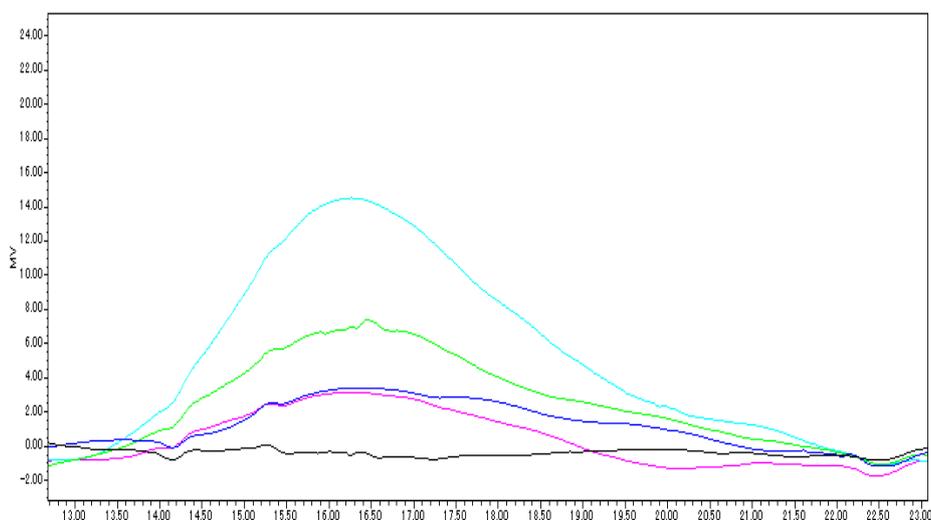


図5 各成分の溶出曲線の重ね描き結果

横軸：時間[分]

黒：ブランク、ピンク：再溶解ナノファイバー溶液、青：キトサン0.005%溶液
 緑：キトサン0.01%溶液、水色：キトサン0.02%溶液

測定に使用した再溶解ナノファイバー溶液は、目付け量 0.9 g/m^2 のNF不織布を、100 ml の 0.5M 酢酸+ 0.5M 酢酸ナトリウム水溶液に溶解したものであり、紡糸に使用する溶液組成が、ポリエチレングリコール+キトサンである事を考慮すれば、理論上、溶液中に含まれるキトサン濃度は、およそ 0.0083% となる。今回の測定結果から算出したキトサン濃度は、 0.0077% となり、結果の誤差が 10% 以内である事と、各成分のピーク面積の値から作成した検量線の直線性が良好である事から、溶解条件によって多少の変動が見られるものの、ピーク面積からある程度の原料濃度を算出する事は十分に可能だと考えられる。

また、再溶解ナノファイバー溶液の溶出曲線の裾幅が、キトサン溶液の溶出曲線に比べ、狭くなっていることから、前述の「再溶解ナノファイバー溶液において、低分子断片の含有量が少なくなっている」というデータを支持する結果が得られた。

第3章 基材不織布の選定

ナノファイバー不織布を製造するにあたり、ナノファイバー自身は強度が小さいため、ナノファイバー単体で形状を保持するのは困難であることから、従来繊維から成る不織布を基材として、基材上にナノファイバー層を形成させ、複合化を図る必要がある。基材に要求される特性としては、各種用途に応じた物性を有する必要があるとともに、紡糸に適した物性を有することもあわせて必要となる。ナノファイバーを紡糸する際には、相対する電極との間に高電圧を印加する。この印加電圧によって生じる電界により、ポリマー溶液は対極に向かって飛散し、途中にある基材上にナノファイバーとなって層を形成する。このとき、基材によって電界が妨げられてしまうと、ナノファイバーの紡糸不良を招いてしまう恐れがあることから、電界を妨げない基材の選定が重要となってくる。

3-1 既存不織布からの選定

美容用フェイスマスクとして、目標製品の不織布の分析を行うとともに、既存不織布製品について物性測定を行い比較した。風合および肌触りが目標に近く、紡糸時に地合が良かったレーヨン繊維とPET繊維を混合したспанレース不織布を選定した。

3-2 不織布の開発

3-2-1 不織布の開発・作製

表面低効率の測定結果を基に、目標製品の一つである創傷被覆材に適した基材用不織布の試作を行った。求められる性能は高い給水・保水性であるため保水層にはニードルパンチ処理を行った不織布とする。基材試作には、川之江造機株式会社製多目的不織布製造装置（写真2）を用いた。基材試作フローを図6に示す。作製した不織布は親水PET繊維を用いた



写真2 多目的不織布製造装置

①各繊維配合にて原料を供給し、
カード機出口 (a) にて目付を確認



②ニードルパンチ処理 (b) (c)



③①で確認した目付を基に、目標
目付になるよう調整 (d)



④表裏に再度ニードルパンチ処理 (b)



(a)カード機出口



(b)ニードルパンチ処理



(c)ニードル部拡大



(d)目付あわせ

図6 基材試作フロー

第4章 ナノファイバー紡糸条件の確立

4-1 ナノファイバー紡糸

2-1の紡糸結果を基にキトサン溶液を作製してパイロット機で紡糸した。電極間距離の条件を一定として印加電圧を1.3倍に高くしたときに吐出量が2.8倍となった。また、印加電圧の条件を一定として電極間距離0.8倍と近づけたときに吐出量が1.6倍となった。これらの結果より、印加電圧を高くすること、または電極間距離を近づけることで生産性が向上することを確認した。作製したキトサンナノファイバーを電子顕微鏡で観察した結果、目標値の範囲内であった。(図7参照)

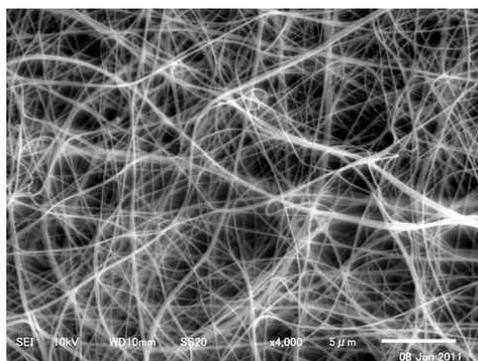


図7 パイロット機による紡糸結果

第5章 生産性検証

5-1 生産速度の検証

パイロット機における生産速度は添加剤の分子量と濃度および印加電圧、電極間距離を吐出量が多くなる条件を選定することによって目標値の3倍となり達成できている。

5-2 連続生産の検証

パイロット機にての連続生産テストを行い、紡糸状態の検証を行った。

作製したサンプルの目付・平均繊維径を経過時間ごとに確認した。その結果、平均繊維径はほぼ変化していないことが確認できた。(図8参照)

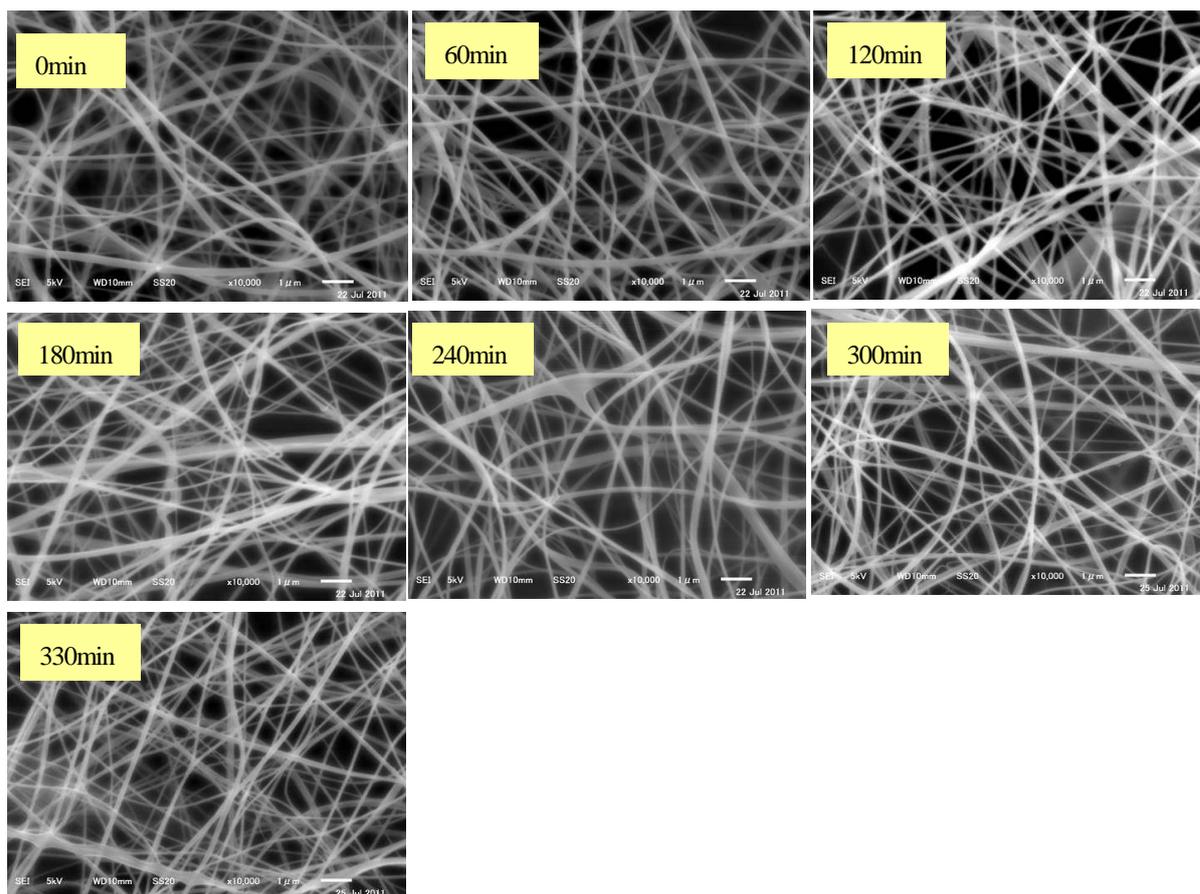


図8 連続生産時のナノファイバーの状態

第6章 製品化検証

6-1 加工適性の検証

6-1-1 美容用フェイスマスク

キトサンナノファイバーと基材不織布を複合したナノファイバー複合不織布をフェイスマスク型に打ち抜き加工を行った。作業時にナノファイバーが手に貼り付きナノファイバー層と基材不織布間とで層間剥離を起こすことでナノファイバーに破れが発生する問題が発生した。またナノファイバー複合不織布を重ねて打ち抜き加工を行うと、重なり合う不織布によって擦れてナノファイバー層が破れるため、重ねての打ち抜きは難しく、ナノファイバー複合不織布1枚ごとにカバー材が必要であった。加工後のナノファイバー複合不織布をフェイスマスク型に打ち抜き加工を行った。作業時の剥離や擦れによってナノファイバーの破損などの不良が発生しにくく、10枚重ねての打ち抜きが可能であった。このことによりナノファイバー複合不織布1枚ごとのカバー材がなくなり加工適性も向上した。目標製品の不織布など従来不織布と同等の方法で打ち抜きが可能となった。

6-1-2 創傷被覆材

創傷被覆材としてのような構成を検討しているが、ネット層とキトサンナノファイバー層が簡単に剥離するため、打ち抜き加工時や取り扱い時にキトサンナノファイバーに破損が生じるという課題があった。この課題を解決するために美容用フェイスマスクと同様の加工を行った。その結果打ち抜き加工の加工適性の向上や使用時の取り扱いを向上させることができた。

6-2 製品性能の評価

6-2-1 皮膚刺激性試験

キトサンナノファイバーの安全性を評価するため肌への影響を検証した。皮膚貼布試験（河合法）に準拠した社内法による試験を行なった結果、被験者20人中すべて陰性であった。キトサンナノファイバーのこの試験による肌に対する安全性が確認できた。

6-2-2 モニターテスト

美容用フェイスマスクのモニターテストを実施した。A～Cの3種類のサンプルを評価に使用した。評価項目として、開きやすさ、フィット性、保湿感、風合い、その他の5項目を評価した。表3に示すように、Bのサンプルがナノファイバーの剥離による破損がなく取り扱い性がよいこと、およびフィット性が高いという評価であった。

A：キトサンナノファイバー複合不織布＋カバー材

B：キトサンナノファイバー複合不織布

C：基材のみ

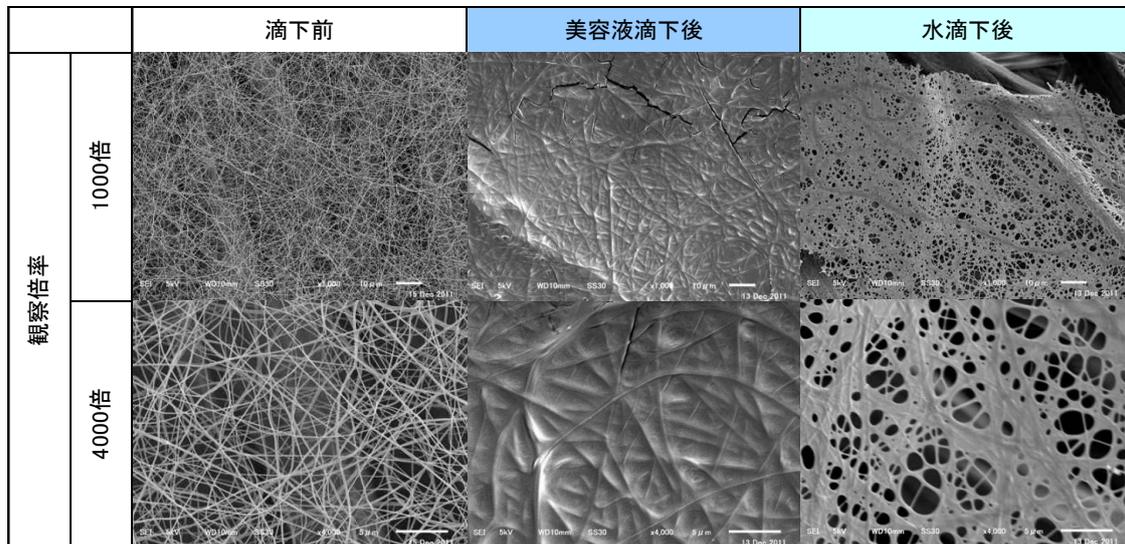
表3 モニター評価結果

評価項目	A	B	C
開き易さ	・美容液が含浸されていないため、シート同士の貼り付きがなく、開き易い。 ・開いた際にカバー材がずれてしまう。	・シートの開き易さは、Aと変わらない。 ・カバー材を剥がす手間が省けた。	・美容液が含浸されていないためか、シート同士の貼り付きがなく、開き易い。
フィット性	・不織布に厚み・硬さがあるため、顔に貼り付ける際にシワになりやすい。シワになった部分は、肌から浮いてしまい、時間がたつとさらに浮きが気になった。	・Aに比べると不織布が薄く、シワになりにくかった。そのため、顔全体にフィットしている感じがした。時間がたっても肌からのシート浮きはなかった。	・従来の美容液含浸タイプに比べ、美容液が少ないためか、すぐに剥れてしまう。
保湿感	・フェイスマスクを剥がした後も、保湿されていると感じられた。	・フェイスマスクを剥がした後も、保湿されていると感じられた。	・保湿感はあまり感じられなかった。
風合い	・もう少し薄く、柔らかい方が良い。	・もう少し柔らかい方が良い。	・もう少し薄く、柔らかい方が良い。
その他	・使用后、部分的に肌に白い塊が残り、取り除く作業に時間がかかる。	・Aを使用した場合に問題となった白い塊が肌に残ることはなかった。	-
総合評価	×	○	×

6-2-3 繊維の形態変化

美容用フェイスマスクで美容液または水を使用した場合でのキトサンナノファイバーの形態変化について電子顕微鏡での観察を行なった。表4に電子顕微鏡での観察結果を示す。美容液を滴下した場合はキトサンナノファイバーは溶解せずに被膜を形成している。この被膜は美容液に含まれる成分と考えられる。水を滴下した場合はゲル化または一部溶解しており、それにより水の場合においても高い密着性が得られていると考えられる。

表4 水滴下後の形態変化の観察結果



6-2-4 吸水量試験

創傷被覆材は患部の状態によっては膿を吸収する必要があるため、PVA 溶液を用いて擬似膿を作製して吸水量を測定した。試験には、創傷被覆材（キトサンNF有）、創傷被覆材（キトサンNF無）、綿ガーゼの3種類を使用した。フィルム上に擬似膿を5g滴下して10cm角の試験片で覆う。試験片の上から荷重20g/m²をかけ3分間静置し、試験片に吸収した擬似膿の重量を測定した。創傷被覆材の吸水量は目標とした綿ガーゼが4.94gに対して創傷被覆材（キ

トサンNF有)が4.83g、創傷被覆材(キトサンNF無)が4.82gでほぼ同等であった。このことにより現在の使用方法にも十分対応可能な製品設計であることが分かった。

6-2-5 ナノファイバー複合不織布の摩擦係数・表面粗さ評価

美容用フェイスマスク用途として作製したキトサンナノファイバー複合不織布について、肌触り感、密着性の評価として、表面粗さ及び摩擦係数測定を行った。測定には、カトーテック株式会社製自動化表面試験機 KES-FB4-AUTO-A を用いた。測定方法は、摩擦係数については、0.5mm 幅ワイヤーの巻かれた 10mm 角の摩擦子(写真3)を 25gf の荷重で試料表面に押しあて、水平方向に 1mm/sec の速度で動かした時の摩擦力を検出し、平均摩擦係数(MIU)として求めた。表面粗さについては、0.2mm 幅V字形ワイヤーを接触子(写真3)として 2gf の荷重で試料表面に押しあて、水平方向に 1mm/sec の速度で動かした時の表面凹凸高さを検出し、粗さ平均偏差(SMD)として求めた。なお、フェイスマスク打ち抜き加工時にナノファイバー層剥離等の不良を発生させないために、基材としては、ナノファイバー紡糸後に加工をおこなえる不織布を用いた。

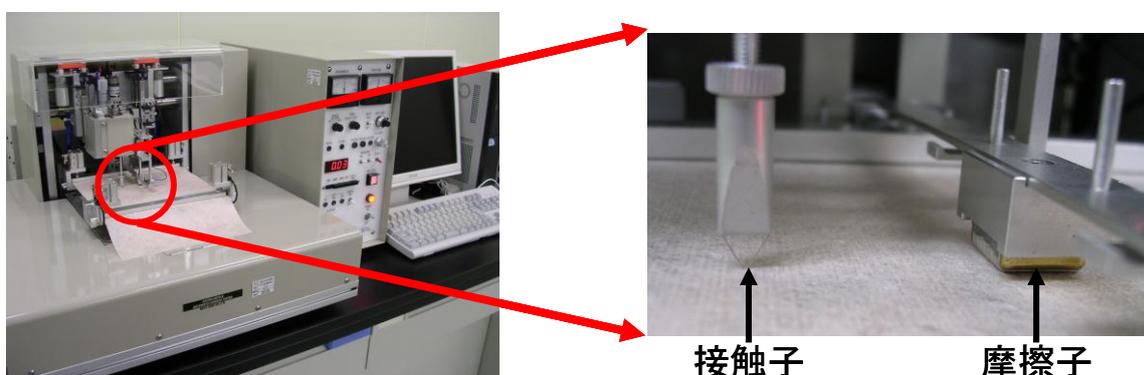


写真3 自動化表面試験機と測定治具

美容用フェイスマスク用基材にキトサンナノファイバーを紡糸したものの基材面及びナノファイバー面について、摩擦係数及び表面粗さを測定した結果を図9に、それぞれの測定から求めた各サンプルのMIU及びSMDについて表5に示す。図9及び表5から、MIUについては、基材面では加工したものの方が小さくなっており、加工時の条件によって若干平滑になったことがわかる。一方、ナノファイバー面ではMIUが0.446となっており、基材面の値よりもかなり大きくなっている。これは、基材に用いている繊維に比べて、紡糸したキトサンナノファイバーは繊維径が1/100程度と非常に小さく、そのナノファイバーで形成された表面層は非常に緻密であるために、測定に用いる摩擦子との密着性が高くなり、MIUとして大きな値を示したと考えられる。

SMDについては、基材面では加工したものの方が小さくなっており、MIUと同様、平滑性が若干向上したことがわかる。ナノファイバー面については、SMDが3.590となっており、基材面の値と比べて大きく低下している。これは、基材の繊維よりも充分に小さい径のナノファイバーが基材面を覆っているためであり、ナノファイバーの紡糸によって平滑性が向上したことがわかる。

これらの結果から、作製したキトサンナノファイバー複合不織布は、密着性及び平滑性が高いことがわかり、肌触り感や密着性が重要視される美容用フェイスマスク用途として適していることが確認できた。

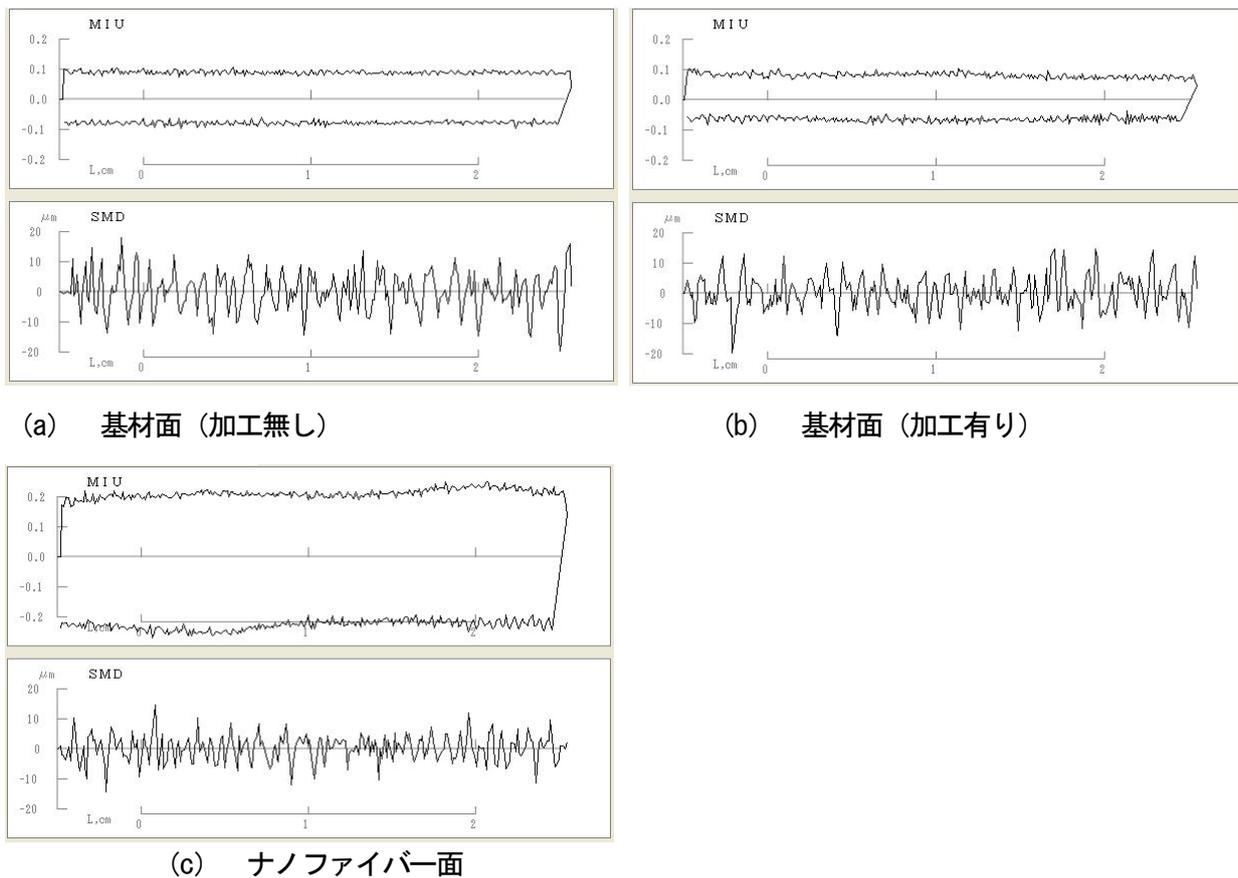


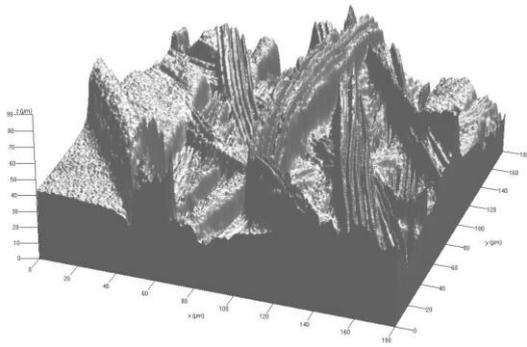
図9 基材面及びナノファイバー面の表面粗さ及び摩擦係数測定結果

表5 基材面及びナノファイバー面の平均摩擦係数 MIU 及び粗さ平均偏差 SMD

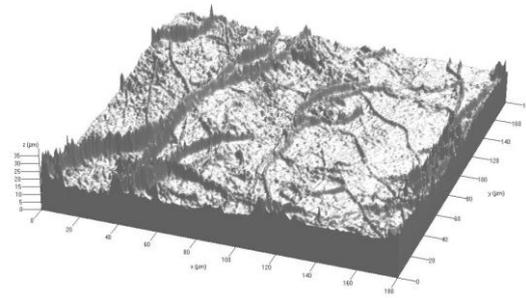
	基 材 面		ナノファイバー面
	加工無し	加工有り	
MIU	0.172	0.126	0.446
SMD	5.125	4.875	3.590

また、表面粗さを評価する他の方法として、レーザー顕微鏡を用いた表面凹凸観察を試みた。カールツァイス製共焦点レーザー顕微鏡 LSM 5 PASCAL MAT により、基材面及びナノファイバー面（加工有・無）について表面凹凸観察を行った結果を図10に、観察データから求めた算術平均高さ P_a を表6に示す。図10から明らかなように、基材面では、構成している繊維の径が大きいため表面凹凸が大きく観察されている。一方のナノファイバー面は、加工の有無にかかわらず、基材面に比べると非常に平滑であることがわかる。また、表6から、基材面に対してナノファイバー面の P_a は非常に小さく、表面凹凸が小さくて平滑性が高いといえる。ナノファイバー面の加工有り加工無しで P_a を比べると、加工した方が大きくなっている。これは、加工時に層間剥離は解消されているが、基材の凹凸の影響を受けて、若干平滑性が低下している。それでも、基材の平滑性に比べると充分高いといえる。

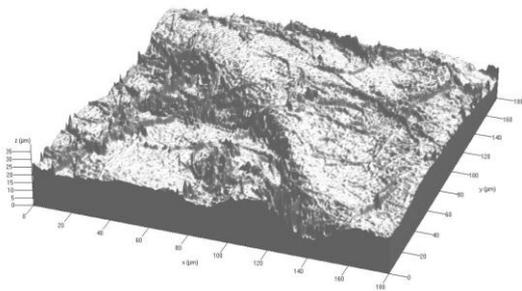
この結果からも、ナノファイバーを紡糸することによって、基材自身に比べて平滑性が大きく向上していることがわかり、美容用フェイスマスク用途として適していることが確認できた。



(a) 基材面 (加工無し)



(b) ナノファイバー面 (加工無し)



(c) ナノファイバー面 (加工有り)

図10 レーザ顕微鏡による基材面及びナノファイバー面の凹凸観察

表6 基材面及びナノファイバー面の算術平均高さ Pa

	基材面	ナノファイバー面	
		加工無し	加工有り
Pa	10.350	1.861	3.217

6-2-6 レーザラマン分光光度計による NFM の評価について

レーザラマン分光光度計は、試料のスペクトルより、1) ピーク位置から、分子の結合状態、官能基、結晶状態、配向状態を評価分析できる。特に、試料のスペクトル特性ピークから、試料の分子構造の差違を FT-IR とレーザラマン分光光度により評価できる。例えば、今回用いているキトサンは、ポリマー分子中のアミド結合が、FT-IR では、NH 伸縮アミド II のピークが強く検出される。一方、レーザラマンスペクトルでは、アミド III のピークが強く検出される。



Laser Raman spectroscopy による評価分析を行った結果、柔らかく、変形しやすいキトサン層の厚み、創傷被覆基材との識別が可能であることを見出した。

下記の図に示したラマンスペクトルより、キトサンナノファイバー層と基材である PP 繊維層は、 $1,800\sim 1,000\text{cm}^{-1}$ の範囲において差違が見られた。

そこで、創傷被覆基材 (PP ファイバー) へキトサンを電界紡糸処理した試料のラマン分析を行った結果を図 11 に示した。

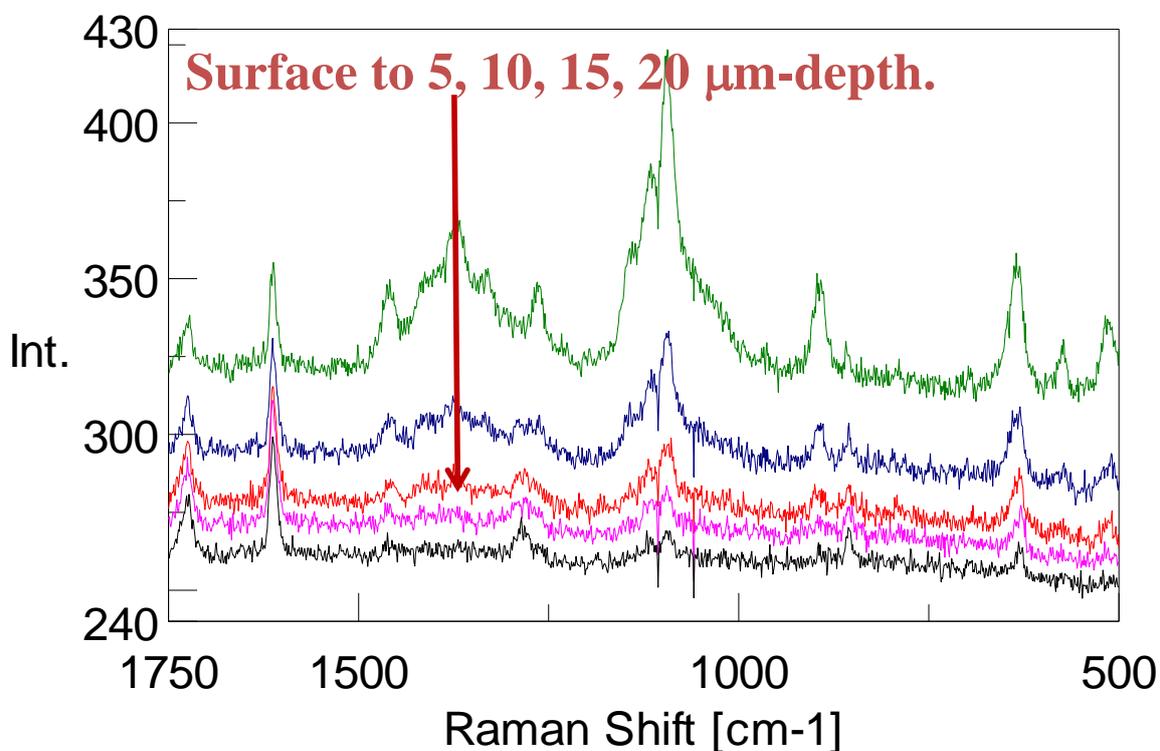


図 11 キトサン (NFM)-創傷被覆基材 (PP ファイバー) のレーザーラマンスペクトル

図 11 のレーザーラマンスペクトルより、表層から $15\ \mu\text{m}$ に至ると、キトサンによる CH_3CONH -基 (第二アミド) のピークが殆ど無くなっている。この結果より、少なくとも、表層から $10\ \mu\text{m}$ の深さまでは、キトサンが存在している事が分かり、キトサンの屈折率を 1.5 と仮定すると、キトサンのナノファイバーマット層は、少なくとも $15\ \mu\text{m}$ の厚みであると推定された。

したがって、電界紡糸法により作製した天然高分子の基材繊維層に対する含有率、厚みを非破壊、迅速、簡便に評価できる分析法として、顕微レーザーラマン分光光度計が最も優れた方法であることを見出した。

第7章 全体総括

7-1 複数年の研究開発成果

7-1-1 キトサンナノファイバーの連続生産性の確立

安全性の高い原料を選定し、高分子溶液の調整および紡糸条件によって生産性を向上させることと連続生産時の課題を解決することができた。

7-1-2 打抜き加工の課題解決し、製品性能の評価を実施

キトサンナノファイバーと基材不織布を加工することで打ち抜き加工時のナノファイバーの剥離や破れを解決し、従来不織布製品と同等の加工を行うことができた。また使用時においても剥離や破れがなく、取り扱い性が向上した。

製品性能として皮膚刺激性試験により安全性を確認し、モニターテストを実施した。美容用フェイスマスクについてのモニターテストでは折りたたまれたサンプルが開きやすく、肌へ貼りつけて使用する方法では従来の美容用フェイスマスクと同等であり、取り扱いが容易であった。また肌への密着性が高いとの高評価であった。

7-2 研究開発後の課題・事業化展開

7-2-1 課題

市場拡大を行なうためには低コスト化が課題であり、段取り替え時間の短縮、歩留りの向上、生産速度の向上を積極的に進める必要がある。

創傷被覆材を製造するためには医療機器製造業許可が必要であり、また美容用フェイスマスクにおいては化粧品製造業許可が必要となるため、設備周辺の環境や作業手順書、記録類の整備が必要となる。

7-2-2 事業化展開

品質を安定化させることにより、さらに高度な品質要求のある分野へ販路拡大を目指す。また市場のニーズを絞り込み、より高付加価値の商品を開発し事業化へ向けた活動を行なう。

今後この事業の拡大させていくために事業にかかわる特許を出願して権利化し、商権の独占権を獲得することや競合他社よりも有利な条件で事業化を進めることができるように知財戦略を重点において活動する。