

Application News

No. S37

表面観察

セルロースナノファイバー／高分子複合材料の観察と分散状態評価

はじめに

セルロースは、植物細胞壁の主成分である多糖類です。セルロースをナノメートルサイズまで解繊したナノセルロースの中で、幅 4~100 nm、長さ数 μm 程度、高アスペクト比 (100 以上) のものがセルロースナノファイバー (Cellulose Nanofiber : CNF) と呼ばれ、最先端のバイオマス新素材として注目されています。CNF は、軽量で高強度であることに加え、高いガスバリア性や吸着性、透明性などの優れた機能を持つ為、高分子材料との複合による物性向上が期待されます。複合材料の開発では、材料中の CNF と高分子材料の分散状態を評価することが重要ですが、その評価手法は十分ではありません。

今回は、走査型プローブ顕微鏡 (SPM) とナノサーチ顕微鏡 (SFT) を用いた CNF 複合材料の観察と分散状態評価についてご紹介致します。

E. Iida

観察装置

SPM は、試料表面を微小なプローブで走査し、試料の三次元形状や局所的な物性を高倍率で観察できます。分散状態評価には、ナノ物性評価ソフトウェア「ナノ 3D マッピング™」を使用しました。SFT は、走査型レーザー顕微鏡 (LSM) と SPM の複合機で、試料の三次元形状をワイドレンジで観察できます。装置外観を図 1 に示します。



図 1 ナノサーチ顕微鏡 SFT-4500 (左)
走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT™ (右)

CNF/PVP 複合材料のワイドレンジ観察

試料は、CNF 水溶液 (1 wt%) とポリビニルピロリドン (PVP) 水溶液 (30 wt%) を 1 : 2 で混合し、エレクトロスピンング法で Si 基板上へ射出したものです。SFT で観察した結果を図 2 に示します。(a)~(c) の LSM 観察では、ファイバーが複雑に絡み合っている様子がわかります。(c) の中央枠内を SPM 観察すると、(d) 高さ像からファイバーの微細な形状が見られます。(d) と同一視野の (e) 位相像では CNF と PVP の物性の違いが見られており、黄色領域と茶色領域 (赤矢印部分) に色分けして表示しています。(d) と (e) を重ね合わせた (f) を見ると、ファイバー上に黄色領域と茶色領域が分布していることから、ファイバー最表面は一樣ではないことがわかります。

□の部分徐々に拡大して観察しています。

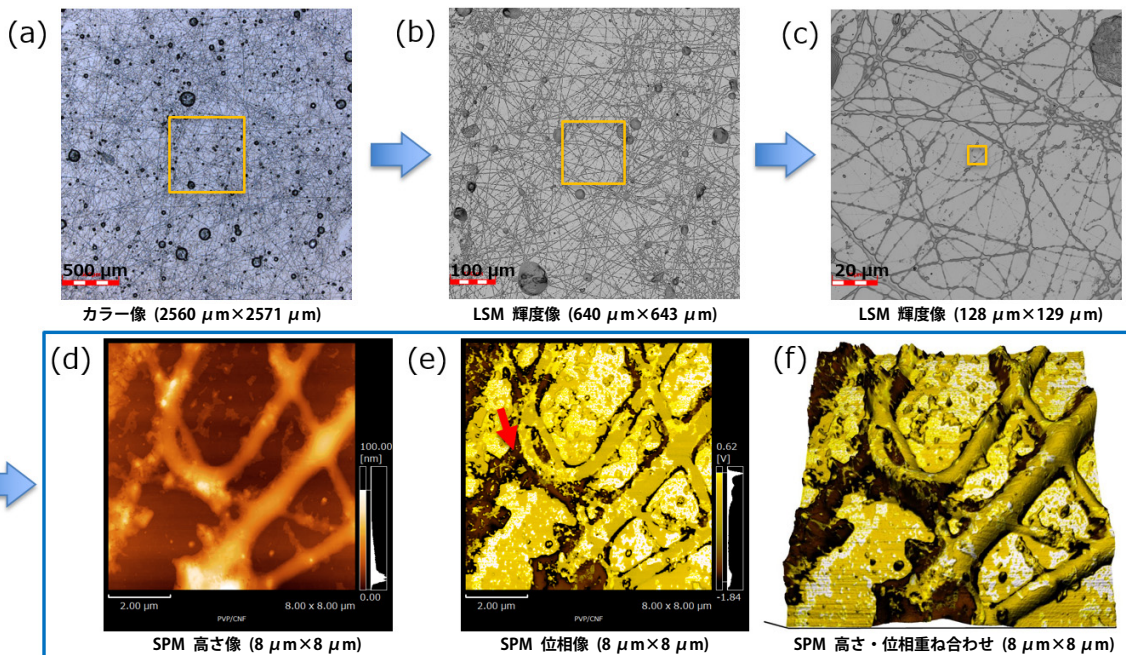


図 2 CNF/PVP 複合材料の SFT 観察

■ 複合材料・単体の弾性率 3D マッピング

CNF/PVP 複合材料と PVP 単体について、それぞれ SPM で弾性率 3D マッピングを行いました。三次元形状像に弾性率像を重ね合わせた画像を図 3 に示します。(a) CNF/PVP 複合材料、(b) PVP 単体のいずれもデータ点数は 128×128 です。画像中の番号は、右表の測定場所番号に対応します。

(a) では、ファイバーと弾性率分布の位置関係が明瞭に見られ、約 100 MPa を示す領域（水色で表示）と約 300 MPa を示す領域（黄色で表示）があります。(b) から PVP 単体の弾性率は約 100 MPa である為、(a) 中の 1~5 で示す領域は PVP が最表面に、(a) 中の 6~10 で示す領域は CNF が最表面に存在する場所だと考えられます。

このように、「ナノ 3D マッピング」を用いることで CNF と PVP の分散状態を可視化できました。

■ まとめ

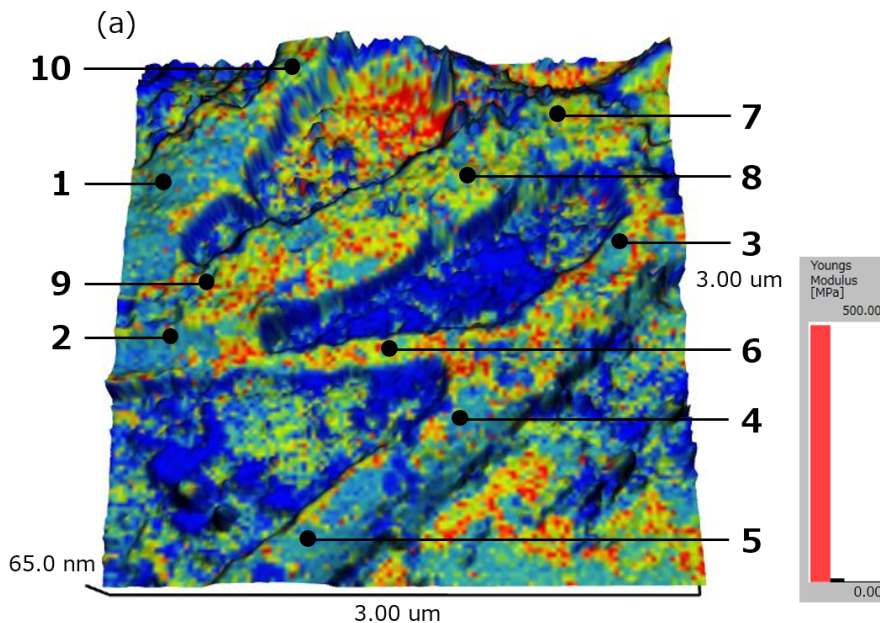
SFT による観察では、ファイバーの全体形状から微細形状までをワイドレンジに得られ、CNF と PVP の物性の違いに由来する分布も見られました。SPM による弾性率マッピングでは、CNF と PVP の分散状態を評価できました。

今後、本手法が CNF や高分子材料を含む様々な複合材料の評価に活用されることが期待されます。

<謝辞>

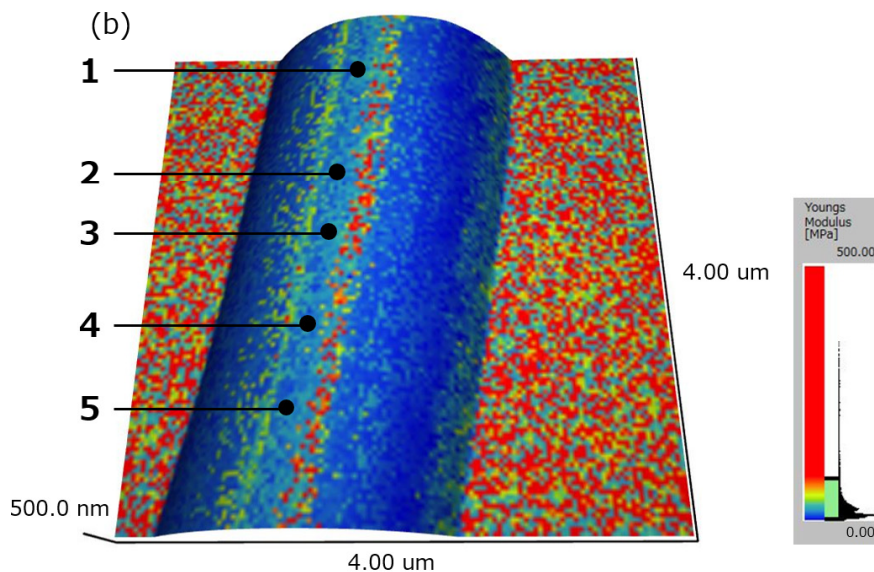
本測定を行うにあたり、三重大学 中井毅尚 教授、森林総合研究所 鳥羽景介 研究員から試料をご提供いただきました。

SPM-9700HT およびナノ 3D マッピングは株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。



各測定場所における弾性率

測定場所	弾性率[MPa]
1	107
2	102
3	121
4	104
5	120
6	274
7	324
8	256
9	319
10	287



各測定場所における弾性率

測定場所	弾性率[MPa]
1	99
2	125
3	106
4	108
5	117

図3 弾性率 3D マッピング
(a) CNF/PVP 複合材料 (b) PVP 単体

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2019年2月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。