

Application News

No. S32

表面観察

機械的解繊で得られたセルロースナノファイバーの形態観察

■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ちます。また、植物繊維由来であることから生産や廃棄に関する環境負荷が小さい素材です。今後は、自動車部材、電子材料、包装材料等への応用が期待されています。

CNFの製造には、セルロースを機械的に解繊するグラインダー法などがあり、より大量のCNFを効率的に生産する上で解繊条件の最適化が求められています。そこで、これまで重要視されていなかった解繊途中の繊維に着目し、形態観察を行いました。今回は、機械的解繊処理を行った繊維について、走査型プローブ顕微鏡(SPM)と走査型レーザー顕微鏡(LSM)を用いた形態観察例をご紹介します。

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(観察範囲: 数十nm~125 μm)。LSMは、試料の三次元形状を非接触かつワイドレンジに観察できます(観察範囲: 16~2560 μm)。装置外観を図1に示します。



図1 3D測定レーザー顕微鏡 OLSシリーズ(左)
走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT™(右)

■解繊途中の繊維の形態観察

試料は、広葉樹パルプシートをグラインダー法で最大5回解繊処理し、水分散させたものです。解繊処理された状態では高濃度・高粘度である為、各解繊処理回数の繊維をそれぞれ400倍に水で希釈し、劈開したマイカ表面に滴下・乾燥させた後に観察しました。未処理と処理1回の繊維は、個々のサイズが大きかった為、LSMで観察しました(観察視野: 260 μm ×260 μm)。処理2~5回の繊維は、SPMで観察し、平均繊維径を算出しました(観察視野: 10 μm ×10 μm)。観察結果を図2に示します。未処理では繊維が束状になっていますが、処理の進行とともに繊維がほぐれて細かくなっていく様子がわかります。平均繊維径は処理2回から3回にかけて特に減少しており、この過程で最も解繊が進んだと考えられます。

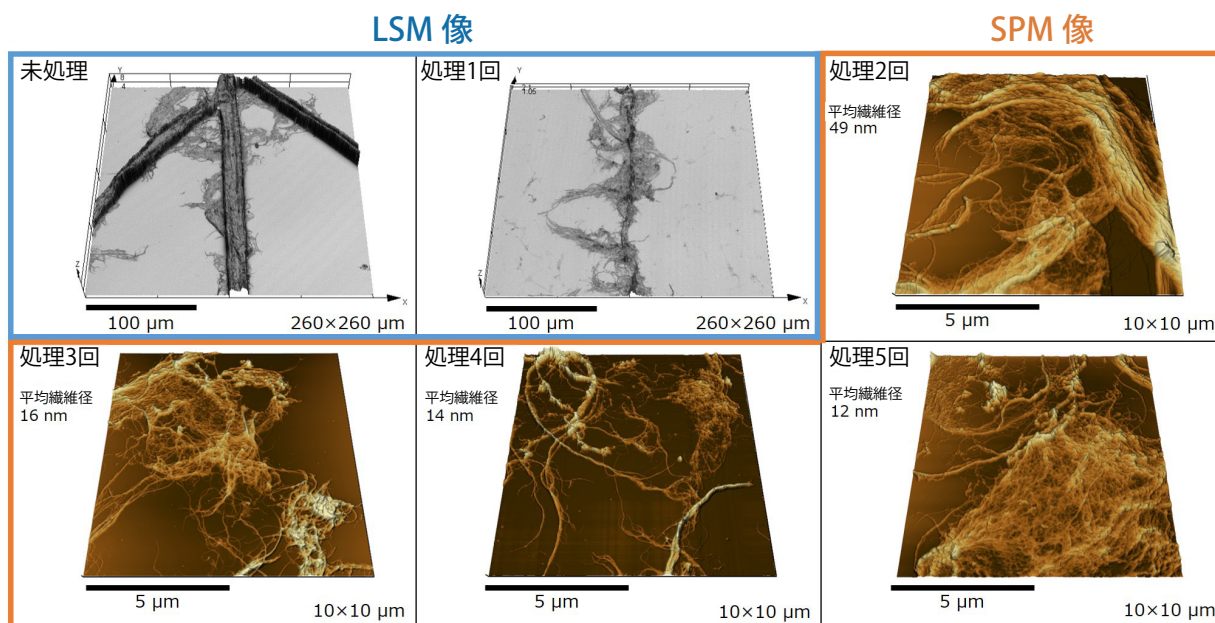


図2 各解繊処理回数における繊維形状像と平均繊維径

■ CNF の高分解能観察

解繊処理を 5 回行って得られた繊維 (図 2 下段右) について、SPM による高分解能観察 (観察視野: 250 nm×250 nm) を行いました。その結果を図 3 に示します (左像赤枠内が高分解能観察領域)。図 3 では CNF の形状が明瞭に見られています。

また、CNF の繊維径を測定する為に、断面形状解析を行いました。SPM ではプローブ形状の影響により、試料形状幅が本来よりも大きく観察される為、繊維径には高さの値を用いることが一般的です。図 4 では CNF の繊維径は 4 nm 程度 (図 4 赤枠) とわかります。高分解能観察によって、CNF 1 本を捉えることができたといえます。

■ まとめ

LSM・SPM を用いて機械的解繊処理による繊維の形態変化を観察しました。さらに、CNF1 本の高分解能観察を SPM で実現しました。今後、解繊条件の最適化が進むことで、CNF のより効率的な製造につながる事が期待されます。

<謝辞>

CNF 試料のご提供、および評価における御指導を
愛媛大学 紙産業イノベーションセンター 秀野教授よりいただきました。

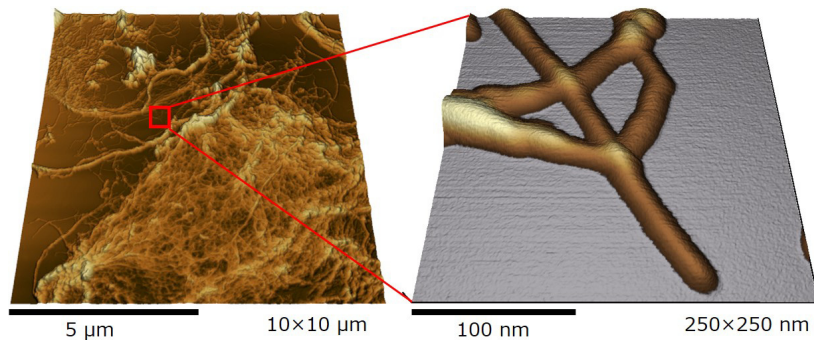


図3 「解繊処理5回」のCNF高分解能観察

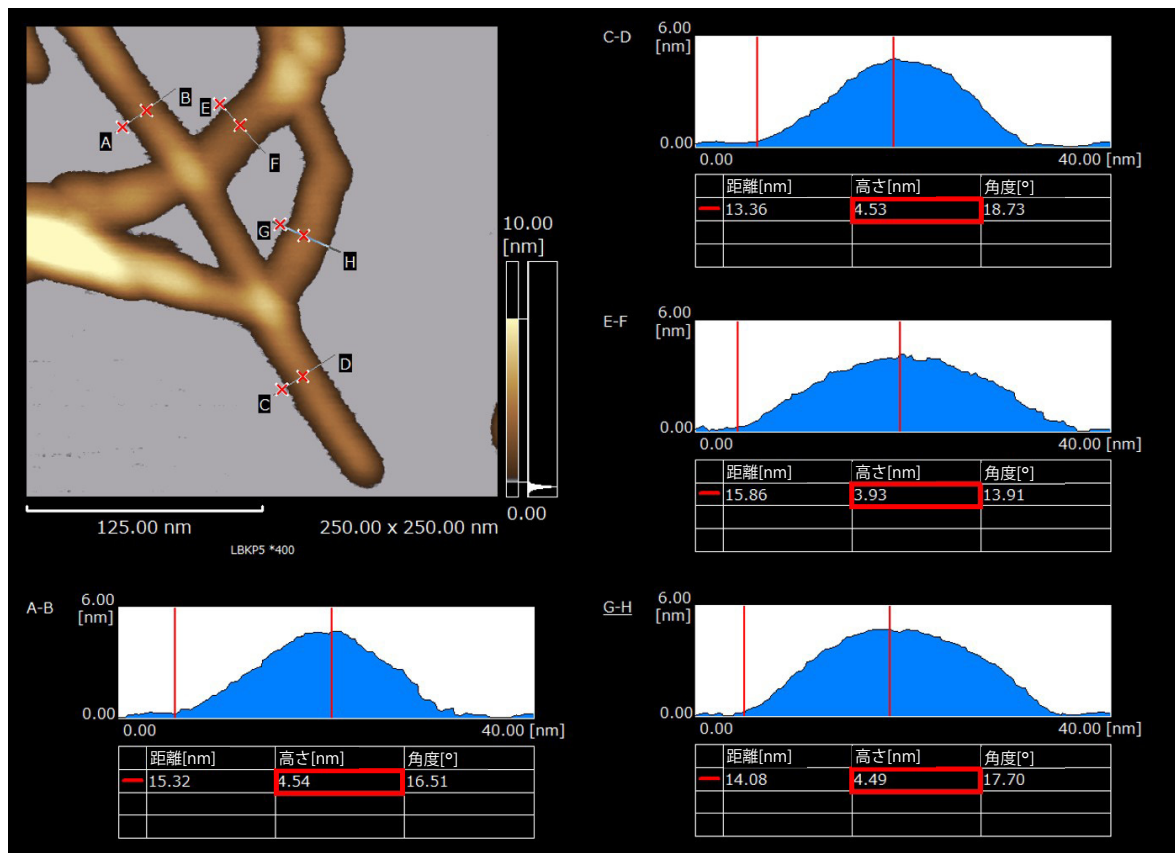


図4 CNF1本の断面形状解析

SPM-9700HT は、株式会社 島津製作所の商標です。

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：2018年8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。