

Application News

No. S39

表面観察

セルロースナノファイバーの自動形状観察と繊維長・繊維径の効率的測長

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、繊維径 数 nm~100 nm 程度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の繊維長・繊維径はCNF複合材料の物性に影響することが考えられ、開発・製造におけるCNF単体評価の必要性が高まっています。しかし、評価では繊維の形状観察と繊維長・繊維径の測長を数千本単位で行うことが求められており、評価効率の向上が課題となっています。今回は、走査型プローブ顕微鏡（SPM）を用いたCNFの自動形状観察・測長事例をご紹介します。

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。装置外観を図1に示します。観察したCNFの繊維長・繊維径の測長にはSPM-9700HT™専用の粒子解析ソフトを使用しました。



図1 走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT™

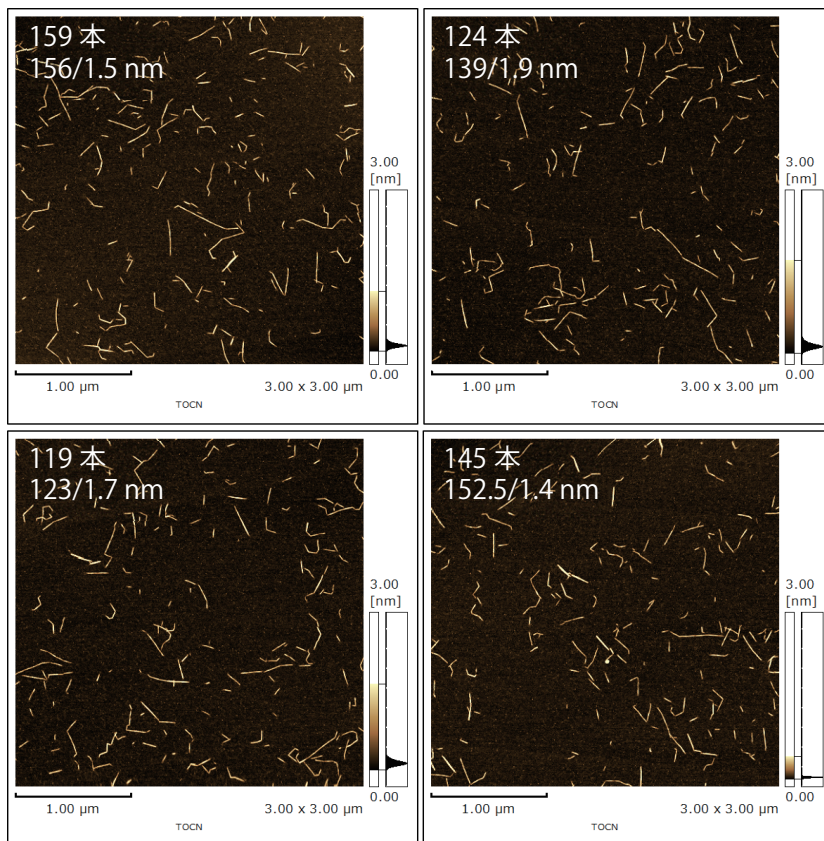


図2 TOCN（TEMPO酸化CNF）自動形状観察結果
（画像中の数値はTOCNの本数と平均繊維長／平均繊維径です）

■ TEMPO 酸化 CNF の自動形状観察

観察する CNF は、TEMPO 酸化 CNF (TOCN) を用いました。TOCN は、TEMPO (2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl) 触媒酸化と呼ばれる化学反応と軽微な機械処理でナノメートルサイズにまで解繊された CNF です。TOCN は、2~3 nm の均一な繊維径をもち、溶液中における分散性と透明度の高さが特徴で、樹脂やゴムとの複合材料や塗料などへの活用が期待されます。

水中に分散した TOCN を 0.001 wt% 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 16 視野を自動観察しました。自動観察は予め観察視野サイズ、走査速度、観察視野のオフセット移動量を設定することで、スタートボタン一つで複数視野を連続で観察できます。同じ繊維を観察しない工夫として、隣接する観察視野の間隔を 3 μm 空けました。代表的な観察結果を図 2 に示します。観察視野サイズは 3 μm × 3 μm 、高さスケールは 3 nm で、個々の TOCN が明瞭に見られ、適度に分散している様子がわかります。

■ 繊維長・繊維径の測長

16 視野の各画像に粒子解析ソフトを適用することで、TOCN を粒子として抽出し、繊維の周囲長の半分を繊維長として、繊維の平均高さを繊維径として測長しました。正確に

測長する為、観察視野に収まっていない TOCN は除いています。その結果を図 3、4 に示します。抽出できた TOCN は 2307 本、平均繊維長は 144.6 nm、平均繊維径は 1.7 nm でした。繊維長では、約半数の TOCN が 30~150 nm に分布し、300 nm 以上の TOCN も存在することがわかりました。繊維径では、1.7 nm を中心に 1~3 nm にほとんどの TOCN が分布しており、繊維径が非常に均一で、物性値 (2~3 nm) との整合性も良いことが確認できました。

このように、実際に観察した形状画像から繊維長・繊維径分布を詳細に知ることができました。

■ まとめ

SPM を用いて CNF の自動形状観察と繊維長・繊維径の測長を実現しました。200~300 本の CNF を手作業で測長すると数時間かかりますが、今回は同程度の時間で約 2300 本の測長を行えました。本手法は、CNF だけでなく、ナノ粒子のような微粒子にも応用できる為、形状・粒子径の評価効率が飛躍的に向上する手法として広く活用されることが期待されます。

<謝辞>

CNF 試料の御提供、および評価における御指導を東京大学 磯貝 明 教授、齋藤 継之 准教授、藤澤 秀次 助教よりいただきました。

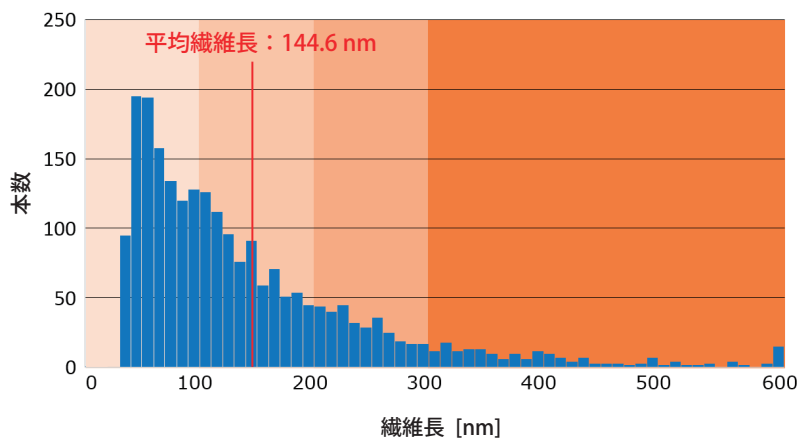


図3 TOCN 繊維長分布 (600 nm 以上はまとめています)

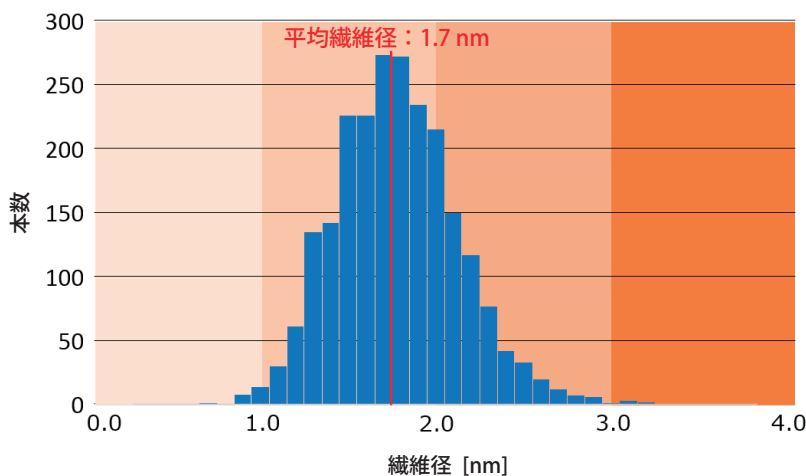


図4 TOCN 繊維径分布

SPM-9700HT 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。

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6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。