

# Application News

## No. S30A

### 表面観察

## セルロースナノファイバーの観察と 繊維長・繊維径の計測

### 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、繊維径が4~100 nm、繊維長数 $\mu\text{m}$ 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の基礎物性の評価方法が未確立であることは、現在の課題のひとつです。なかでも基礎的な計測として、CNFの繊維長や繊維径はCNF複合材料の機械的強度等にも影響することが考えられ、その計測手法の確立が求められています。一般に、ナノメートルサイズの対象物の観察には走査型プローブ顕微鏡（Scanning Probe Microscope: SPM）や電子顕微鏡が用いられており、CNFの観察にもよく利用されています。

ここでは、当社の走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT<sup>TM</sup>（以下、SPM-9700HT）を用いたCNFの観察と、繊維長・繊維径の計測手法を紹介します。

R. Fuji

### 走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT

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する顕微鏡です。装置外観を図1に、原理図を図2に示します。



図1 走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT

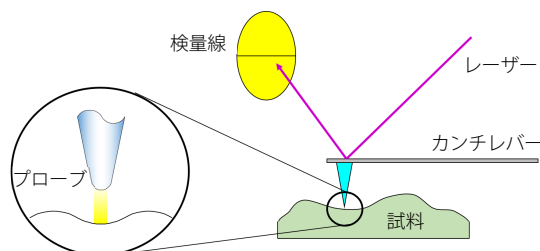


図2 SPMの原理図

### CNFの形状観察

測定した試料は、市販の水分散系セルロース\*1です。図3に示す繊維長が異なる5種類（極長、長、標準、短、極短）を観察しました。試料濃度はすべて0.001 wt%に調製し、劈開したマイカ表面に滴下して乾燥後に観察しました。全体像を把握できる観察視野 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の形状像を図4に、繊維長評価のため拡大した観察視野 $2.5\mu\text{m} \times 2.5\mu\text{m}$ の形状像を図5にそれぞれ示します。



図3 水分散系セルロース

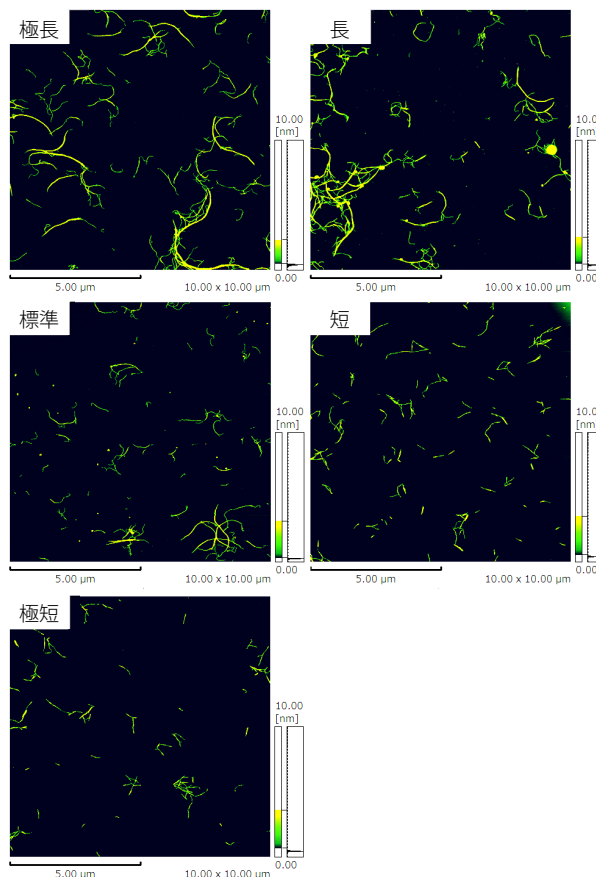


図4 CNFの形状像（観察視野： $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ ）

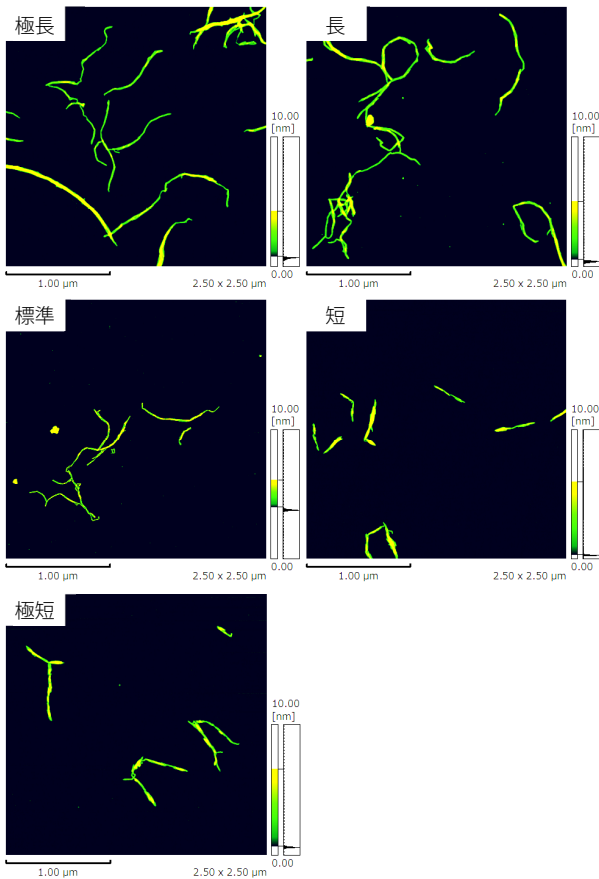


図5 CNFの形状像(観察視野: 2.5 μm×2.5 μm)

## CNFの繊維長・繊維径の計測手法

繊維長・繊維径の計測には、粒子解析ソフトウェアを用いました。まず、取得した三次元形状像からCNFを粒子として輪郭抽出します。次に、抽出した複数の粒子に対して特徴量を計算し、統計的に解析することができます。SPM-9700HT専用の粒子解析ソフトウェア\*2には、長さや高さなどの特徴量29種類が用意されています。

繊維の抽出は、図6に示すように取得した形状像の高さ情報で閾値を決め、画像内に繊維の大部分が含まれるものを対象として、行いました。

CNFは高アスペクト比であり、長さに対して幅は十分に小さく無視できる程度であるため、抽出完了後の特徴量を用いて、繊維長は「周囲長÷2」、繊維径はZ(高さ)の平均値として算出しました。

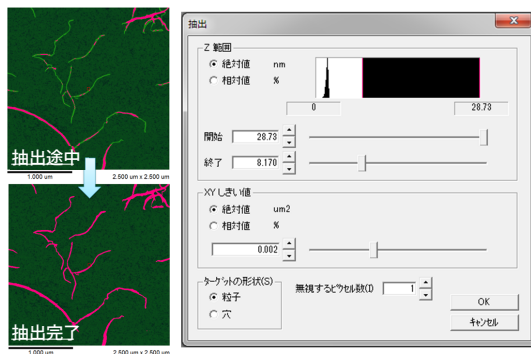


図6 粒子解析ソフトウェアの粒子抽出過程

図7に【極長】の、図8に【極短】の計測結果を示します。【極長】の平均繊維長は「4.3÷2」より2.2 μm、平均繊維径は6.0 nm、【極短】の平均繊維長は「1.9÷2」より1.0 μm、平均繊維径は6.2 nmと算出されました。【極長】を対象とした繊維には、画像内におさまっていないものが一部含まれています。また、複数の繊維が絡み合っているように見える繊維についても、全体を1本とみなして算出されています。どこまで解繊した状態を1本の繊維とみなすかによって、繊維長・繊維径の値は大きく異なってきます。とくに繊維長の計測については、1本とみなす繊維の状態を明確にすることが課題です。

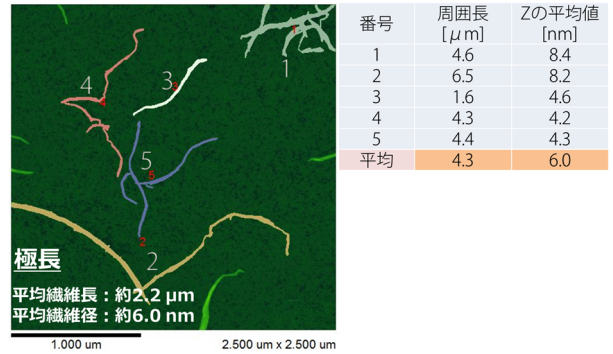


図7 【極長】の計測結果

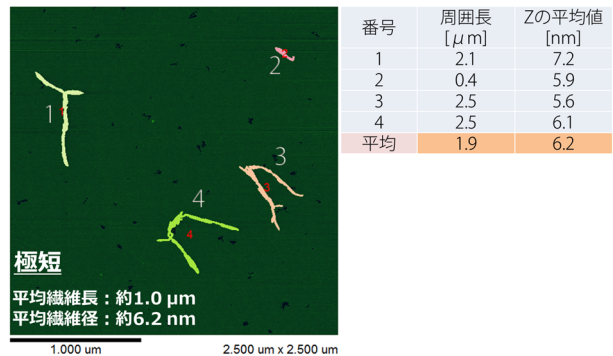


図8 【極短】の計測結果

## まとめ

CNFの観察と、繊維長・繊維径の計測は、ナノメートル以下の分解能を持つSPMで行えることを明らかにしました。三次元形状データに対して、粒子解析ソフトウェアを応用することで、繊維長・繊維径を容易に算出することが可能です。今後、「1本の繊維」の定義を明確にすることが、正確な計測を行う上で重要と考えられます。

- \*1 株式会社 スギノマシン BiNF-i<sup>®</sup>水分散系セルロース  
品番: IMa-10002 (極長)、BMa-10002 (長)、WMa-10002 (標準)、  
AMa-10002 (短)、FMa-10002 (極短)
- \*2 C147-3093 SPM-9700HT カタログ p.15  
粒子解析ソフトウェア

SPM 資料室のご案内  
SPM 資料室ではさまざまなアプリケーションを紹介しています。  
[https://www.an.shimadzu.co.jp/surface/spm/sol/sp\\_index.htm](https://www.an.shimadzu.co.jp/surface/spm/sol/sp_index.htm)

SPM-9700HTは、株式会社 島津製作所の商標です。  
BiNF-iは、株式会社 スギノマシンの登録商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。  
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。