

様々なナノファイバーの形状観察

飯田 栄治、黒田 古都美

ユーザーベネフィット

- ◆ 原材料や製造方法が異なるナノファイバーの繊維形状をマイクロメートルオーダーからナノメートルオーダーまで幅広く観察できます。
- ◆ ナノファイバー1本の極微細構造も明瞭に観察できます。
- ◆ 個々のナノファイバーの繊維径を計測できます。

■はじめに

セルロースナノファイバー（CNF）に代表されるナノファイバーは、直径数nm~100 nmの繊維状物質です。樹脂材料などと組み合わせた複合材料として、自動車部材、電子材料、包装材料の分野への応用が期待されています。ナノファイバーの形状やサイズは、複合材料の機械的強度を左右する因子となるため、これを把握し、コントロールすることが、用途に適した複合材料の開発・製造につながります。ナノファイバーの形状やサイズは、原材料や製造方法によって異なり、製造過程ではマイクロメートルオーダーのサイズとなることも珍しくありません。3D測定レーザー顕微鏡（LSM）と走査型プローブ顕微鏡〔SPM（AFM）〕を併用することで製造過程品（マイクロメートルオーダー）から完成品（ナノメートルオーダー）まで、形状やサイズを確認できます。

本報では、LSMとSPMで原材料や製造方法の異なる様々なナノファイバーの形状やサイズを捉えた事例を紹介しします。

■様々なナノファイバーの形状観察

観察した試料は、原材料や製造方法が異なる6種類のナノファイバーです（表1）。繊維の凝集が目立った (a) グラインダー解繊CNFと (b) 発酵ナノセルロースは、繊維全体を捉えるためにLSM観察しました。LSM測定条件を表2に示します。個々の繊維を捉える為に、6種類すべてをSPM観察しました。SPM測定条件を表3に示します。特に繊維の凝集が認められた (a) グラインダー解繊CNFと (b) 発酵ナノセルロースについては、最初にLSM観察することで、SPM観察に適した測定箇所を確認しました。

表1 測定試料

試料名称	原材料	製造方法
(a) グラインダー解繊CNF	セルロース	グラインダー
(b) 発酵ナノセルロース	酢酸菌	発酵
(c) ウォータージェット解繊CNF	セルロース	ウォータージェット
(d) キチンナノファイバー	キチン	ウォータージェット
(e) カルボキシメチルセルロース (CMC)	セルロース	化学処理
(f) TEMPO酸化CNF	セルロース	TEMPO酸化処理

表2 LSM測定条件

装置	: 3D測定レーザー顕微鏡 OLS5100
対物レンズ	: OLS専用100倍対物レンズ
観察視野	: 130 μm×130 μm

表3 SPM測定条件

装置	: 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa/SPM-9700HT
スキャナ	: HTスキャナ (XY: 10 μm) 広域スキャナ (XY: 125 μm)
測定モード	: ダイナミックモード
観察視野	: 2.5 μm×2.5 μm、250 nm×250 nm

図1は、LSM観察の高さ像です。色は疑似カラーです。(a) グラインダー解繊CNFでは、太く直線的な繊維の周囲に細い繊維が凝集しています。(b) 発酵ナノセルロースでは、同じ太さの繊維が大きなもので約100 μmのサイズで凝集している様子が見られます。

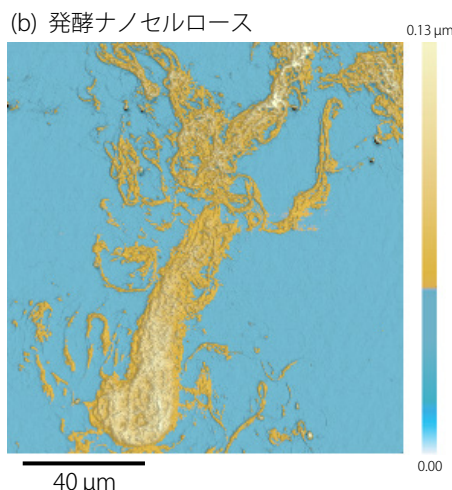
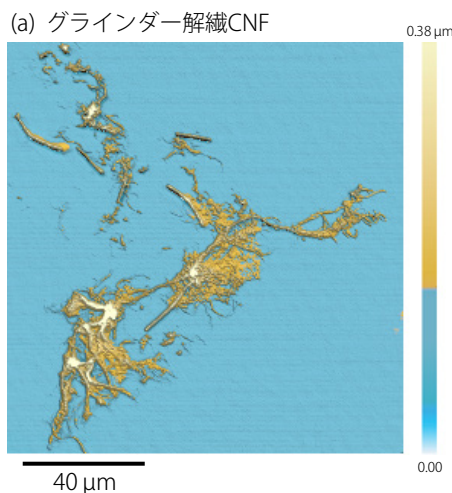
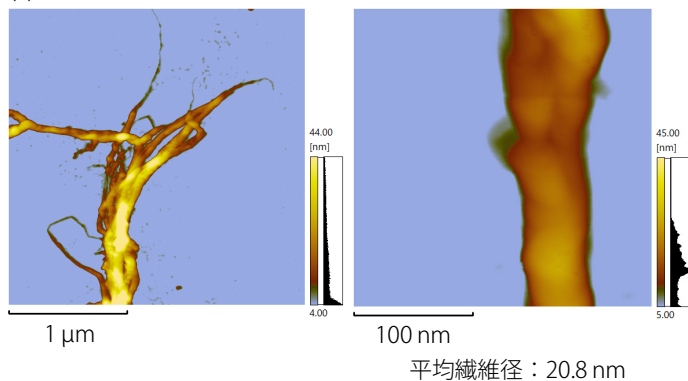
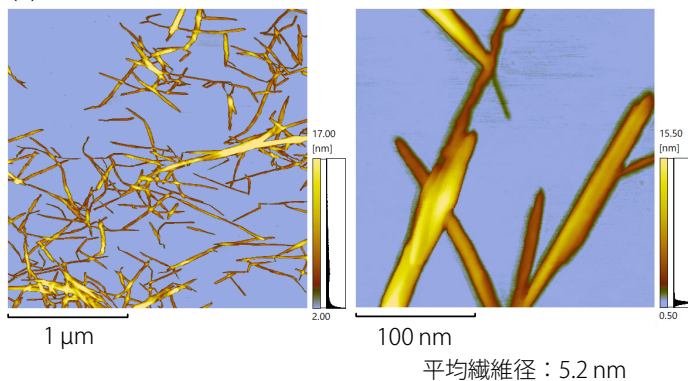


図1 LSM観察 高さ像

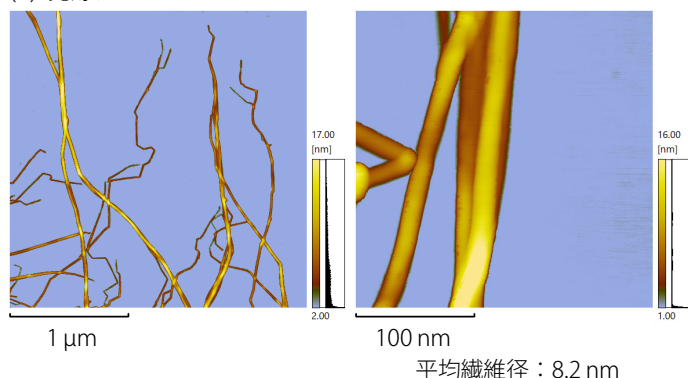
(a) グラインダー解繊CNF



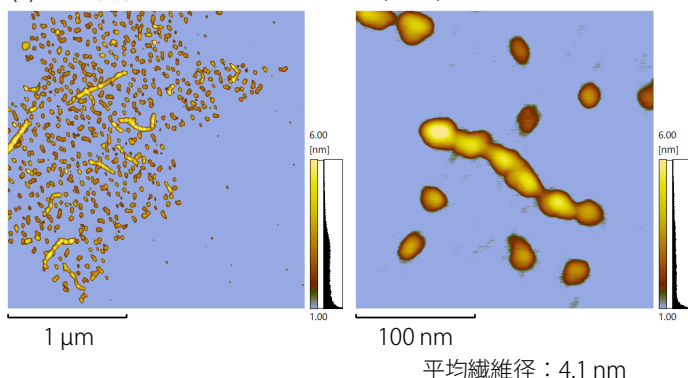
(d) キチンナノファイバー



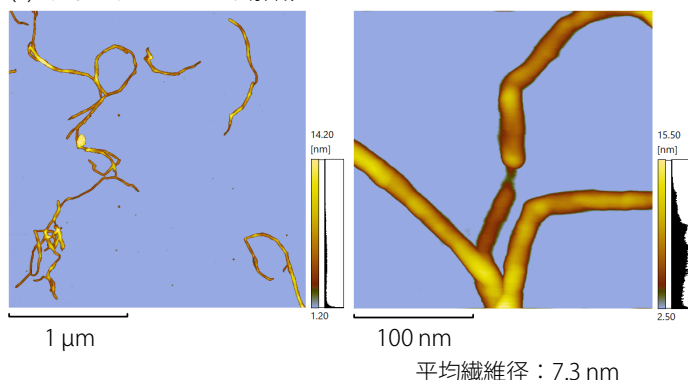
(b) 発酵ナノセルロース



(e) カルボキシルメチルセルロース (CMC)



(c) ウォータージェット解繊CNF



(f) TEMPO酸化CNF

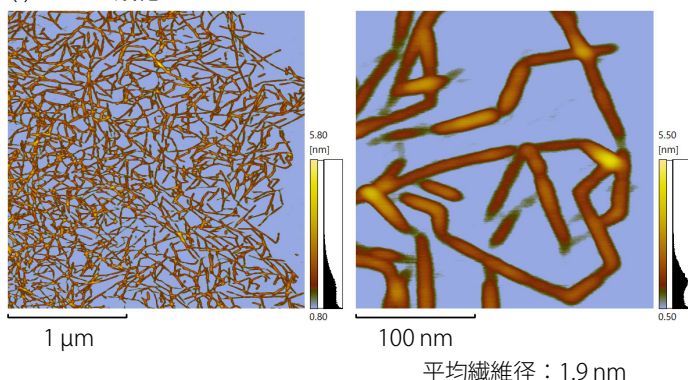


図2 SPM観察高さ像

図2はSPM観察の高さ像です。色は疑似カラーです。250 nm×250 nmの拡大SPM観察画像中の任意の5か所において、断面形状プロファイルから繊維の高さを繊維径として計測し、平均繊維径を算出しました。

この結果から (a) グラインダー解繊CNFは、繊維径が大きく、繊維の枝分かれや繊維同士の交差が見られます。(b) 発酵ナノセルロースは、繊維長が長く、直線的な繊維が多いことがわかります。(c) ウォータージェット解繊CNFは、同じ物理解繊である (a) グラインダー解繊よりも解繊が進んでおり、繊維径が小さく、孤立分散しています。(d) キチンナノファイバーは、繊維長が短く、直線的な繊維が多いです。(e) CMCや (f) TEMPO酸化CNFは、繊維径が小さく、孤立分散しています。このように原材料や製造方法によって形状や長さ、分散性が異なる様子がわかります。

■まとめ

LSMとSPMを用いて原材料と製造方法が異なる様々なナノファイバーの形状を観察できました。製造初期段階ではマイクロメートルサイズのファイバーを多く含むものもあるため、LSM観察が最適です。一方、細かく分散性の良いナノメートルサイズのファイバーの測定にはSPMが最適です。形状・サイズに合わせてLSMとSPMを併用することが有効です。

<謝辞>

試料は、東京大学 磯貝 明 特別教授、齋藤 継之 准教授、藤澤 秀次 助教、北海道大学 田島 健次 准教授、愛媛大学 紙産業イノベーションセンター 秀野 晃大 講師よりご提供いただきました。

SPM-NanoaおよびSPM-9700HTは、株式会社島津製作所またはその関係会社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

01-00215-JP 初版発行：2021年 11月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。

<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。

新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2021