

ナノオーダーでの内部形態観察が可能です

近年、軽量化や電気絶縁性能をはじめとした様々な機能が付与された多機能材料の開発行われています。その1つにナノサイズのフィラーを樹脂材料中に少量分散させたナノコンポジット材料があります。ナノコンポジット材料は、分散させているナノ粒子が樹脂中に均一分散していることで優れた機能が発現することより、その分散状態を確認することが材料開発の大幅なスピードアップに繋がると期待されます。ここでは、ナノコンポジット材料であるシリカ系ハードコート剤のフィラーの分散状態をを三次元観察した事例を紹介します。

シリカ系ハードコート剤の三次元TEM観察

従来の二次元TEM観察では、数100nm程度の厚みのある試料切片を透過像として観察しており、試料の面方向の情報に加え厚み方向の情報も蓄積されることから、分散粒子の比率などが真の値よりも大きく算出されていました。シリカ系ハードコートにおける実際の観察結果(二次元)を図1に、三次元構成を行った結果を図2に、三次元再構成後の任意の一断面像(厚みをゼロと仮定)を図3に示します。図1では、粒子の面積分率が三次元解析結果の値よりも大きくなっています[図1]。一方、三次元構成後の一断面[図3]について面積分率を求めると体積分率と良い一致がみられ、分散比率の真の値が得られていることがわかりました[図2、3]。また、三次元観察+画像解析を行うことにより、従来の二次元観察では得られなかった個々の粒子の重心間距離や球相当粒子径といった情報を得ることも可能です[図4~6]。

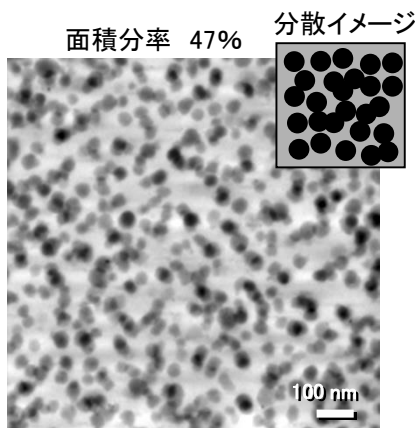


図1 二次元TEM像

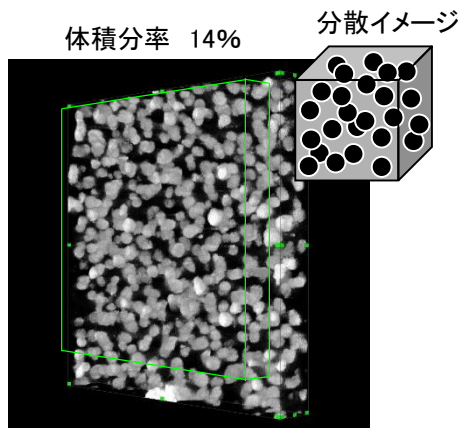


図2 三次元再構成像

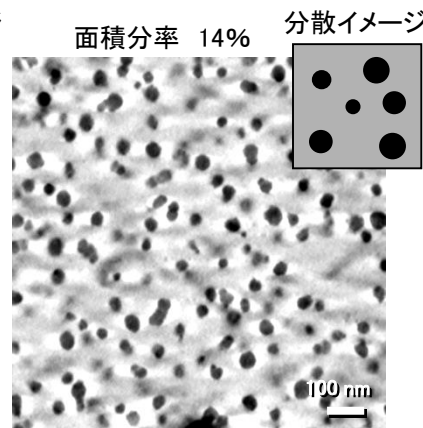


図3 三次元再構成像
(ある位置における無厚み断面スライス像)

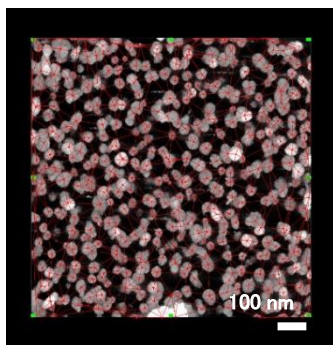


図4 三次元再構成像
(重心間距離算出)

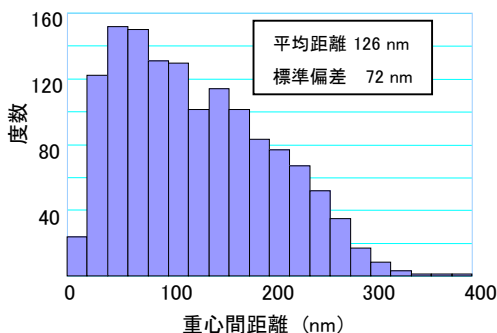


図5 重心間距離解析結果

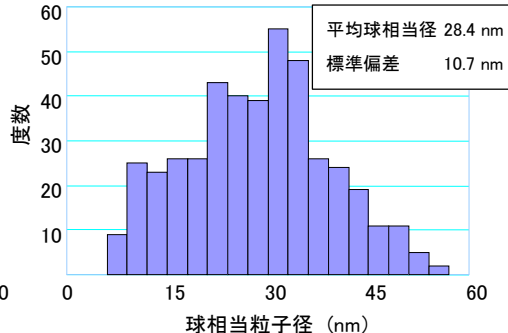


図6 球相当粒子径解析結果