X 線の顕微鏡で高分子材料を透かして内部を 3 次元可視化・評価する手法

高感度 X 線顕微鏡による包装用高分子材料の内部μm 構造の観察と解析

株式会社リガク X 線研究所　○武田佳彦・濱田賢作・廣瀬雷太・表和彦
[2PD14]
(Tel: 042-545-8111)

リガク X 線研究所の研究グループは、有機物の内部構造を観察するための X 線を用いた顕微鏡を開発しました。

複数の高分子を組み合わせた高機能複合材料は、組み合わせる高分子の種類、割合だけでなく、製造方法により材料の偏りや剥がれが発生し、製品強度、安定性などの特性に影響します。包装用高分子材料は強度、ガス透過性、遮光性など様々な特性を同時に満たすことが求められるため、複数の高分子材料を貼りあわせた多層フィルムを用いています。多層構造全体を把握するためには、光学顕微鏡や電子顕微鏡による断面観察よりも X 線 CT の 3 次元観察が適しています。

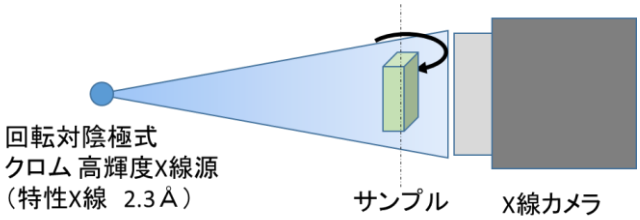
X 線は波長によって性質が大きく変わります。波長が短いほど重元素、厚い構造を透過し、内部構造を観察できます。一方、軽元素、微細構造の観察には波長の長いＸ線が適しています。産業用マイクロＣＴの多くは、電子ビームをタングステンに照射し、タングステンから発生した 0.5Å(1Å=0.1ｎｍ)以下の短波長のＸ線によって骨や金属の構造を観察します。しかし、長波長のＸ線は十分な強度が得られず、複合材料内部の有機物を区別することは困難でした。

この問題を解決するため、我々は、マイクロＣＴ用Ｘ線源に比べて 100 倍の出力を持つ回転対陰極式高輝度Ｘ線源を利用したＸ線顕微鏡を開発しました。Ｘ線源には、波長 2.3Åの(特性Ｘ線)を放射するクロムを選ぶことで、波長の長いＸ線を大量に発生させることができます。これにより有機物に対する感度が 50 倍向上し、密度差 0.1g/cm^3 の有機物を区別できるようになりました。

開発した装置を用いて、厚さ 80μｍの包装材料をＸ線ＣＴ法により観察したところ、母材とは異なる高分子材料を使用した厚さ 3μｍの膜状構造を持つ a 層と直径数μｍの微粒子が存在する b 層に分かれており、b 層においては粒子

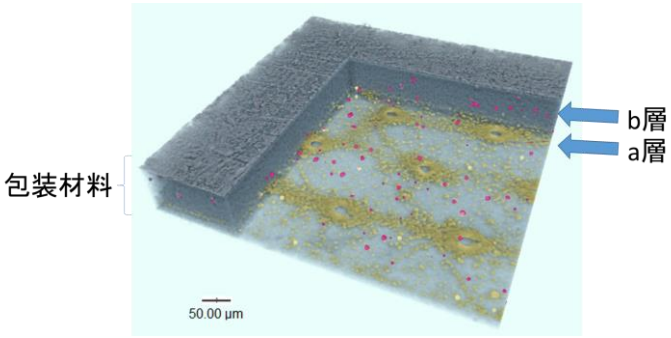
の凝集や分布に偏りがあることがわかりました。

更なる高機能化、軽量化が求められる高分子複合材料の開発において、内部構造の観察、解析は今後ますます重要性を増していくと思われます。詳細な 3 次元構造に基づく複合材料の評価方法の確立には、研究開発の加速、製品の品質の安定化を高める効果が期待されます。

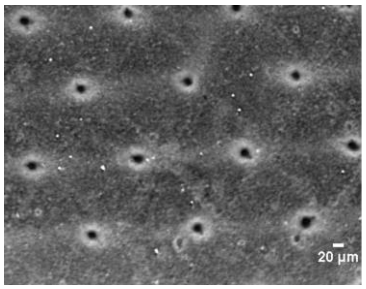


X 線顕微鏡光学系

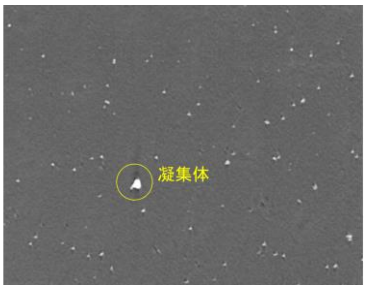
サンプルを回転させながら X 線画像測定。計算により内部 3 次元構造を再構成



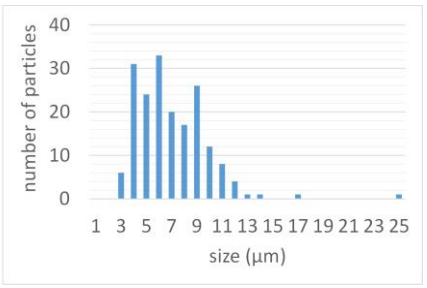
3 次元 CT 画像



a 層　CT 断層像



b 層　CT 断層像



b 層　粒子サイズ分布

＜適用分野＞　フィルター、不織布、繊維強化樹脂、燃料電池、発泡剤、薬剤