

研究背景および目的

グラフェンナノプレートレット (Graphene Nanoplatelet: GnP) は, 単層および数層のグラフェンと厚層のグラファイトが混在した凝集体であり, 電気特性, 熱伝導特性, 機械的特性において様々な物理的性質を有していることから, 各種分野においてナノフィラーとして広く利用されている。GnPの特性は, 表面だけでなく内部の構造も関与しているため, その内部構造の評価も重要である。GnPの構造評価には, 一般的にSEMやTEMが用いられているが, 内部構造に関する詳細な評価事例は少ない。当研究所では, これまでに軽元素を主成分とする材料の可視化技術として, 「High-コントラスト包埋剤」(特許第7445353号)を開発し, カーボン系材料に対する応用例を提示してきた。

GnPも主成分がカーボンであることから, 同技術の適用により, 内部構造の詳細な評価が可能になると考えられる。そこで本研究では, 従来, 電子顕微鏡による詳細な内部構造評価が困難とされてきたGnPに対してHigh-コントラスト包埋剤を適用し, 新たな微構造評価手法としての有用性を検証することを目的とした。

結果

測定手順: 試料を包埋 → 断面加工(イオンミリング加工またはFIBによるSTEM試料作製) → 観察

グラファイト: ➡

グラフェン凝集部: ➤

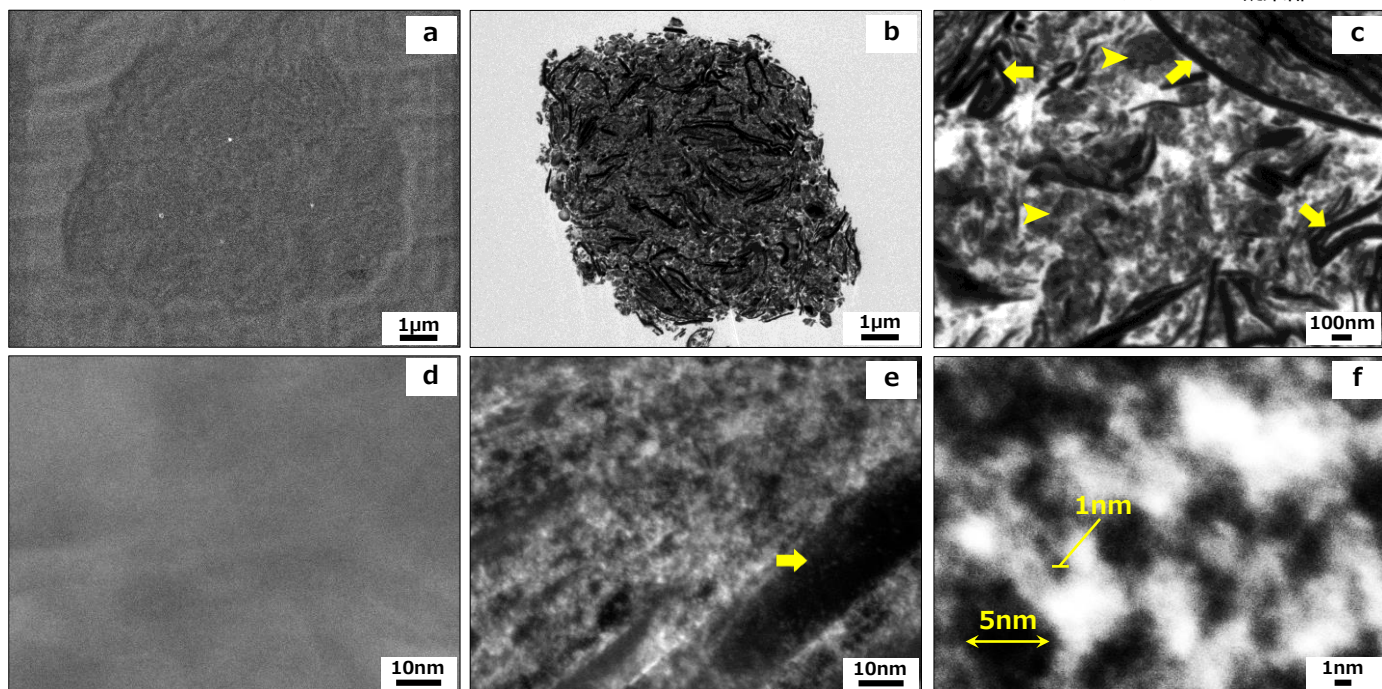


Fig.1 High-コントラスト包埋剤の効果

Fig.1に示す通り, High-コントラスト包埋剤を用いることにより, 従来法では困難であったGnPの内部構造の詳細な可視化に成功した。Fig.1aは従来法としてエポキシ樹脂包埋を行ったGnPのSEM-BSE像, Fig.1b, cはHigh-コントラスト包埋剤へ包埋したGnPのSEM-BSE像, Fig.1dは従来法としてエポキシ樹脂包埋を行ったGnPのHAADF-STEM像, Fig.1e, fはHigh-コントラスト包埋剤へ包埋したGnPのHAADF-STEM像である。Fig.1c, f中の明るいコントラスト領域は包埋剤が含浸された部分, すなわち空隙部である。従来法では, Fig.1a, dに示す通りグラフェンとグラファイトの混在状況が不明瞭であるのに対し, High-コントラスト包埋剤を用いた手法ではSEMレベルの観察においても, これらの混在状況が鮮明に観察されている (Fig.1b, c)。また, この手法はFig.1e, fに示す通り, STEM観察へも応用可能であり, グラフェン凝集部の拡大観察においては, GnPを構成している1-5nm程度の微細な粒子の直接観察も可能なことが明らかとなった。

まとめ

◆High-コントラスト包埋剤を用いることで, GnPの内部構造を電子顕微鏡によって直接評価できることが明らかとなり, 本技術が新たな微構造評価手法として有用であることが示された。

◆本技術はSEMだけでなく, STEM観察にも応用可能であることが確認され, 特にナノレベルでの凝集状態の解析やグラフェンサイズの直接的な評価が可能であることが示された。

この新たな微構造評価技術は, GnPに限らず, 他のカーボン材料やホウ化物など, 軽元素を主成分とするさまざまな物質へも応用可能である。

今後の展望

◆High-コントラスト包埋剤の応用技術開発。

◆本技術の外部提供。本技術は導入を希望する企業へ対してライセンスや技術指導を実施している。また, 導入前の試用(デモ評価)にも対応している。

本技術の問い合わせ先

<https://www.kistec.jp/connect/consult/>

ご相談題目へ「High-コントラスト包埋剤」とご記入ください。