

2024 年度年次報告書

トランススケールな理解で切り拓く革新的マテリアル

2024 年度採択研究代表者

清水 俊樹

東京農工大学 大学院工学研究院

助教

液中における有機/無機材料混合系のトランススケール解析

研究成果の概要

本研究の初年度(2024 年度)では、液体セルを用いた液中その場透過電子顕微鏡観察技術の確立を中心課題とし、ポリマー／ナノ粒子複合系におけるナノスケール構造の可視化に取り組んだ。具体的には、ポリエチレンオキシド(PEO)とシリカナノ粒子(平均粒径:40 nm)の混合系を対象とし、濃度 0.1 および 0.5 wt%の PEO に 10 wt%のシリカを分散させた水溶液を試料とした。

まず、非晶質炭素膜を用いた液体セルの作製条件を確立した。液体セルは、PEO/silica 分散液を非晶質炭素膜で挟み込むことで、真空下でも液中環境を維持可能な構造とした。非晶質炭素膜の厚さは 10~20 nm とし、電子線透過性と機械的強度の両立を図った。また、セル厚はプラスチックキャスト膜の厚みに依存するため、キャストの濃度調整により 100~200 nm の範囲で制御した。作製に際しては、温度・湿度による水滴形成条件も考慮し、安定した観察用セルの構築に成功した。この一連の非晶質炭素膜を用いた TEM 技術を Amorphous Carbon Environmental TEM(ACE-TEM)と命名した。

次に、透過電子顕微鏡(JEM-2100F, 200 kV)を用いた観察条件の検討を行った。電子線の加速電圧については、本試料系において既に観察が可能であることを実験により確認しており、主にコントラストとダメージ低減の観点から、場合によっては 80 kV や 120 kV での観察も視野に入れていたが、200 kV で特に問題ないことが分かった。撮影は 0.5 秒/フレームでの動画取得を基本としたが、将来的にはより高速な観察機器の活用も検討している。

さらに、PEO 濃度の違い(0.1 および 0.5 wt%)による分散状態の変化について、液中その場 TEMを用いたリアルタイム観察を実施した。ナノ粒子の凝集・分散挙動やポリマー鎖の構造変化を視覚的にとらえることに成功し、今後は小角 X 線散乱(SAXS)や光散乱測定との相補的解析によるマイクロ構造の定量的理解を進めつつ、粘性測定などのマクロ物性解析も予定している。

2024 年度の研究成果としては、15th International Symposium on Atomic Level Characterizations for New Materials and Devices (ALC'24)にて研究成果を発表し、Excellent Presentation Award を受賞した。また、液体セルを傾斜連続撮像により観察することで、ホログラフィー技術を応用した 3 次元構造解析にも成功した。さらに、本研究手法を転用して実施した NaCl の液中ナノ結晶化現象メカニズム解明に関する研究成果については、現在、国際誌に論文を投稿中である。⁽¹⁾

これらの成果は、液中環境下でのポリマー/ナノ粒子系の動的構造変化を可視化するための基盤技術を確立したものであり、今後の高分子材料設計やナノ構造体制御に資する新たな分析手法としての展開が期待される。

【代表的な原著論文情報】

- 1) Shimizu, T., Numazaki, R., Nakasone, N., Minoda, H. Transmission Electron Microscopy Study of NaCl Nanocrystal Growth in Aqueous Conditions at the Sub-Nanometer Scale Using Amorphous Carbon Environmental Liquid Cells. paper submitted (2025).