

【CNF 的分析系列之二】

以掃描探針顯微鏡 (SPM) 進行纖維素奈米纖維的觀察與分析

蘇裕昌*

Observation and Analysis of CNF through Scanning Probe Microscope

Yu-Chang Su*

一、緒言

纖維素奈米纖維(CNF)是來自可持續生產的植物性素材廣受注目與關心。在 2014 年 6 月日本內閣會議議定為改訂 2014 的「日本再興戰略」中明示積極進行 CNF 的研發與推廣，因此，促進 CNF 的研究和開發被定位為日本的成長戰略項目。此外，在 2017 年的未來投資戰略揭示研發方向 CNF 等的國際標準化，CNF 商品化的促進等。其中在 CNF 的國際標準化中 CNF 的分析測量技術期待扮演相當重要的角色的。CNF 的一般原料是紙漿，但也可以使用木材，稻草、食品殘渣、廢紙等進行 CNF 的生產。近年來，也推進了以竹子和蘆葦作生產 CNF 的區域性原料。

二、顯微觀察設備

掃描探針顯微鏡(Scanning Probe Microscope; SPM)是採用小探針掃描樣品表面並觀察樣品表面從微米到奈米的三次元形狀的裝置。圖 1 顯示 SPM 的基本構成元件，以雷射激光照射懸臂的背面，並檢測其反射光的角度變化。當懸臂尖端與探針接近樣品時，微小力的作用發生使懸臂發生翹曲和振動等變化，一邊由反饋控制探針和樣品之間的距離使上述變化恆定，並同時掃描進行樣品之 XY 方向進行觀察。因 SPM 可以在空氣中或液體中觀察到絕緣體而適用於 CNF 觀察。圖 2 中 Shimadzu SPM-9700HT 型掃描探針顯微鏡，數據的取得速度較舊有 SPM 設備快 5 倍以上，並且具有奈米領域的表棉面界面物性映射的可視化(Shimadzu cooperation, 2018)，也擁有自行開發微細粒子分析軟體，因此可很快進行 CNF 纖維長度和纖維直徑分析。

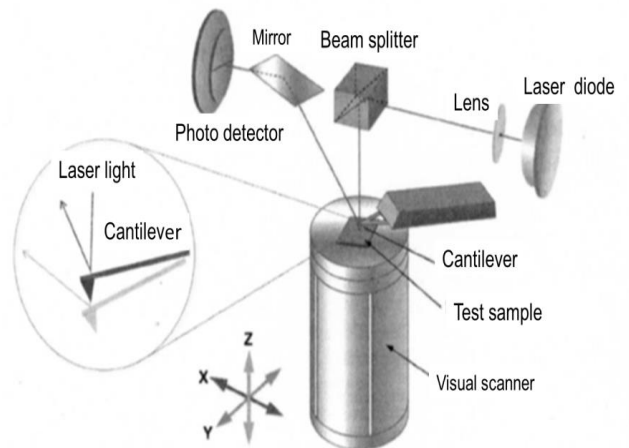


圖 1. 掃描探針顯微鏡(SPM) 的基本構成掃描探針顯微鏡 (島津製作所，2018)



圖 2. Shimadzu SPM-9700HT 型掃描探針顯微鏡的外觀(島津製作所，2018)

三、CNF 的 SPM 的觀察結果

CNF 以 SPM 進行觀察所得影像如圖 3 所示。觀察步驟為首先，在不銹鋼台上貼有雲母基板上，滴下 10 μl 稀釋為濃度 0.001 wt% 之 CNF 水分散溶液，將其自然乾燥後以 SPM 進行 CNF 觀察。所採取的是樣為來自木質纖維素纖維 CNF 與由酢酸菌發酵所得之奈米纖維素(Nano fibrillated bacteria cellulose, NFBC)。來自木質纖維素纖維的 CNF 是以經過製漿後的原料紙漿，再以各種物理性的機械外力將纖維素微纖毛 (Cellulose microfibril) 製備成具網狀構造的纖維素奈米微纖毛 (Cellulose nano fibril, CNF)。組合以稱之 TEMPO 觸媒氧化的化學反應及輕微的機械處理就可以將紙漿纖維微纖毛化所得微細纖維稱之 TEMPO 觸媒氧化纖維素奈米纖維 (TEMPO-oxidized cellulose nanofibers, TOCN)，以上述 TOCN 在水溶液中將完全分散後作為 SPM 的觀察試樣。

TOCN：TEMPO-oxidized cellulose nanofibers ；

NFBC：Nano fibrillated bacteria cellulose

圖 3 中顯示網狀構造 CNF 的三維影像，觀察到各 CNF (纖維素微纖毛) 具有厚度上的差異、也有纖維具有分叉、和纖維與纖維間有呈交錯的情形，因而網狀構造型 CNF 一般在外觀上呈白濁狀的原因。圖 4 TOCN 的 SPM 觀察影像，TOCN 的纖維與纖維間不呈交叉而呈孤立單一纖維分散狀。圖 5 為 NFBC 的 SPM 觀察影像，NFBC 具有與網狀構造型 CNF 類似，具有非常長的纖維長，但其中也具有高含量的直線性的纖維。

四、結論

由上述的 SPM 觀察，CNF 具有各種形態取決於製造方法的不同而有不同的形態。也因此可證明 SPM 可有效的應用在 CNF 的形態學觀察。CNF 是一種天然衍生的環保型可持續材料資源，不同於須藉由消耗大量石化燃料生產的碳纖維和玻璃纖維，CNF 可以被認定是下一代的新材料而備受關注。埋藏資源缺乏的日本，CNF 可以利用豐富的森林資源生產，對 CNF 在材料上所扮演的角色的備受期待。相反的，由於 CNF 原料是來自天然衍生，可預知無法與碳纖維等工業產品同樣的在品質上的控制非常困難。為了使 CNF 適應做為工業材料，有必要利用各種手法建立並確立分析測量技術、及活用評估方法進行各種性質的測定。

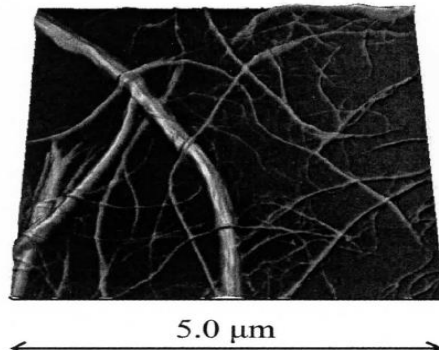


圖 3. 網狀構造型 CNF 的 3 次元影像(島津製作所, 2018)

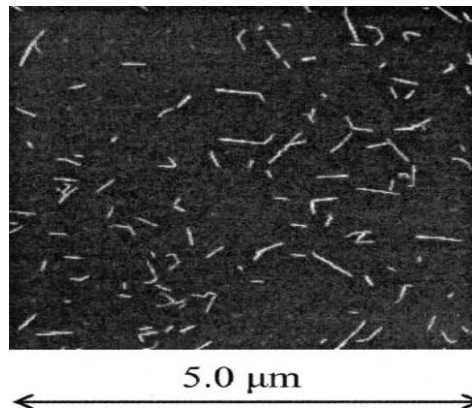


圖 4. TOCN 的形狀影像(島津製作所, 2018)

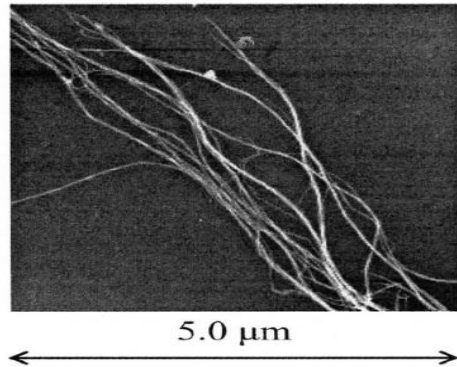


圖 5. NFBC 的形狀影像(島津製作所, 2018)

五、參考文獻

1. 島津製作所 2018 走査型プローブ顕微鏡で観るセルロースナノファイバー。紙パルプ技術タイムス(8): 50-51
2. Shimadzu cooperation 2018 走査型プローブ顕微鏡 (SPM) https://www.an.shimadzu.co.jp/surface/spm/nano3d_mapping.htm。

*蘇裕昌 國立中興大學森林系教授

*Dr. Yu -Chang Su, Professor, Dept. of Forestry, National Chung-hsing University.