

ブタジエンゴムを含む複合材料の簡易 OsO_4 染色

Simple OsO_4 staining of composite material including butadiene rubber

菱電化成株式会社, °黒川博志, 石崎祐美子, 根子卓也, 伊藤浩美, 山本佳永

RYODEN KASEI CO.

°Hiroshi Kurokawa, Yumiko Ishizaki, Takuya Neko, Hiromi Ito, Kae Yamamoto

E-mail: hiroshi_kurokawa@ryoka.co.jp

複合材料は、2 種類以上の材料を合わせたものであり、それぞれの長所を併せ持つことで、各々の単体よりも優れた特性を有するものである。その代表例として、母材（マトリクス）中にゴム粒子などを分散させたものが知られているが、その粒子の分散具合により、特性が左右されるため、分散状態を確認することは非常に重要である。

年々、微細化されている高分子材料の内部構造を観察する手段の一つとして、透過電子顕微鏡（TEM）が挙げられる。高分子材料における TEM 観察試料の作製は複雑で、熟練を要する作業が多く、また作業時間にかかる。加えて、電子染色作業では、人体に有害な OsO_4 を扱うため、取扱いに知識と設備が必要であり、気軽に作業を行えるものではなかった。

本実験では、マトリクス中に分散させたブタジエンゴム粒子（100nm 程度）の分散状態を観察するための TEM 試料作製における電子染色工程の簡便化を図ることに成功した。通常、導電処理に使用している Os コーターを用いて、ミクロトーム後の薄膜試料に OsO_4 染色を施した。

図 1 に試料 A の染色前、図 2 に試料 A の染色 10 分後、図 3 に試料 B の染色 10 分後の TEM 像観察結果をそれぞれ示す。図 1 より、染色前では、主として炭素、酸素からなるブタジエンゴム粒子とマトリクスとのコントラストに差が付きにくく、観察が困難であった。図 2, 図 3 より、ブタジエンゴムが OsO_4 に染色され、暗いコントラストで観察されるようになり、粒子のサイズや分散状態が確認できるようになった。また、試料 A では、粒子がクラスタを形成していたが、試料 B では、均一に分散しており、試料による分散具合に違いがみられた。

本手法では、染色時間も 10 分間と非常に短時間で済み、全ての染色作業を Os コーター装置内で行うため、外部に OsO_4 が漏れることなく安全に作業できるなどの利点があった。

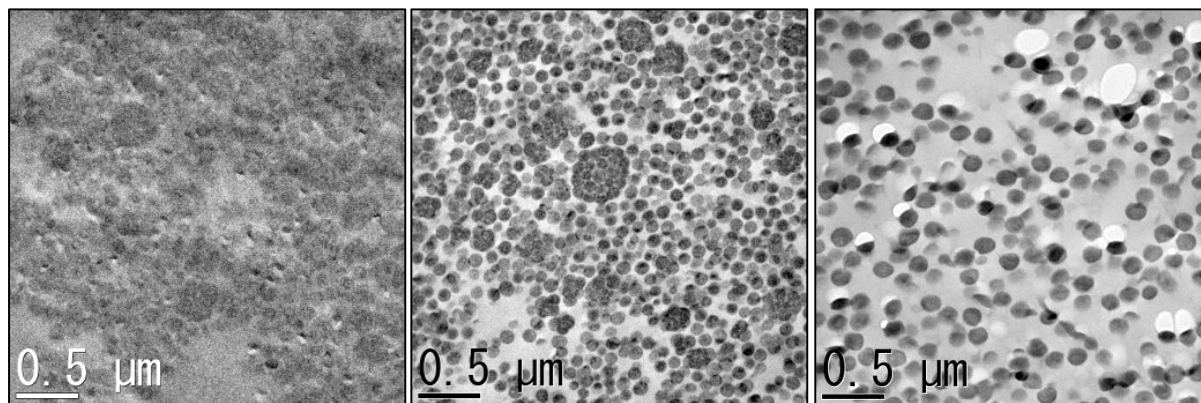


図 1 試料 A 染色前の TEM 像

図 2 試料 A 染色 10 分後の TEM 像

図 3 試料 B 染色 10 分後の TEM 像