Cryo FIB-SEM を利用したエマルションの断面観察

株式会社日東分析センター 佐和康二 加藤光郎 川瀬 昇



 Fig. 1
 O/W 型エマルション凍結 FIB 加工断面の Cryo

 SEM 像: (a) 昇華前, (b) 昇華後.

FIB-SEM 複合装置に試料冷却ステージを装着する ことにより(Cryo FIB-SEM), FIB 加工中のイオン ビームや SEM 観察中の電子線による試料ダメージが 軽減できるだけでなく,常温では観察不可能な液体試 料の凍結断面観察が可能となる.今回我々はゾル状の



Fig. 2 O/W 型エマルション凍結破断面の Cryo SEM 像.

Oil in Water (O/W)型エマルション試料を Cryo 断面 SEM 観察することにより内部構造の可視化を試みた.

ゾル状試料を液体窒素により瞬間凍結させた後, FIB-SEM 装置内に導入し, -130℃において Cryo FIB 加工と Cryo SEM 観察を連続して行った.

Fig. 1(a)に Cryo SEM 観察結果を示す. Cryo FIB 加工により平滑な断面が形成されており, ゾル中での 油分ドメインの形状や各成分の分布状態などの内部構 造を明確に確認することができた. なお, 試料温度を -130℃から-80℃へ昇温することにより, 特定成分 (水分)のみを昇華させることが可能となる. これによ り, 試料中の水分位置を決定することができた(Fig. 1(b)).

比較データとして,従来法である凍結破断面の Cryo SEM 観察結果を Fig. 2 に示す.凍結破断で は,油分の表面に沿って破断が生じるため,油分ドメ イン/水分ドメインの界面形態の観察には有用な手段 となる.しかし,凹凸が顕著な状態での SEM 観察で は,各成分の定量的な評価は困難となる.一方, Cryo FIB 加工による平滑な断面の観察像は,画像の 定量化に適している.本結果の FIB 加工断面(Fig. 1(a))を画像解析することにより,油分が82.0%,水 分が5.7%,その他成分が12.3%と各成分の割合を概 算することができた.

(2009年7月21日受理)

Keywords: cryo FIB-SEM, sublimation, emulsion

Cross-sectional Observation of Emulsion Morphology by Cryo FIB-SEM; Koji Sawa, Mitsuro Kato, Noboru Kawase (Nitto Analytical Techno-Center Co., Ltd., Ibaraki)

 $FIB-SEM \ utilized: \ Helios \ 600 \ NanoLab, \ FEI \ (acceleration \ voltage \ FIB: \ 30 \ kV, \ SEM: \ 1 \ kV)$