

クライオ走査電子顕微鏡法を利用した 液体試料の微細構造観察

～水を含んだ液体試料を、本来の姿で観察する～

理学研究科 生命科学専攻

◎M2 北井 悠樹、准教授 西野 有里、教授 宮澤 淳夫

キーワード

クライオ電子顕微鏡法, 含水試料観察, 凍結技法, 可視化,
材料評価



研究概要

電子顕微鏡を用いれば、ナノメートルという極めて微細なスケールで観察できますが、試料を真空中に入れなければならないため、水を含む試料はあらかじめ乾燥させる必要があります。ところが、試料を乾燥させると元の形や構造が崩れてしまうものも多く、本来の構造を観察することが難しくなります。そこで私たちは、「クライオ走査電子顕微鏡法（クライオ SEM）」という技術を用いて、液体試料の微細構造観察を行っています。この方法では、試料を非晶質に凍らせ、水分を固体の氷として保つことで、“水を含んだままの姿”を壊さずに観察することができます。

水を含む試料を非晶質に凍らせる方法には、「浸漬凍結法」と「高圧凍結法」があります。浸漬凍結法は、固体と液体が混ざったシャーベット状にした窒素やエタンなどの冷媒に、試料を直接浸して凍らせる方法で、比較的簡便に凍結できるという利点があります。ただし、試料表面しか非晶質凍結できないため、試料内部に生成した氷晶が水以外の成分を押しよけて成長することにより、内部構造を変形させてしまうことがあります（図 1、図 2a）。一方、高圧凍結法は、凍結時に高い圧力（210MPa）を加えることにより、氷晶が成長しにくくなり、試料の内部構造を本来に近い状態で観察することが可能です。図 2b に示したように、高圧凍結法を用いることにより、エマルション中の油滴を変形のない状態で観察することができます。

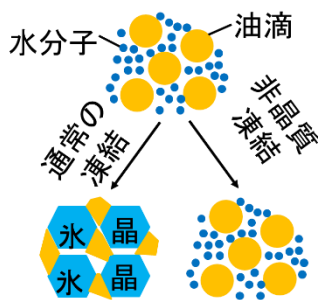


図 1. エマルションの凍結

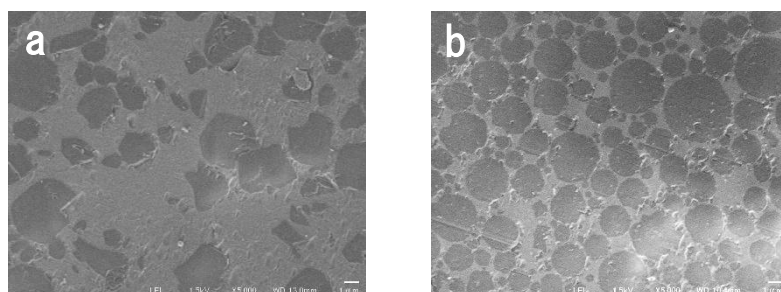


図 2. エマルションのクライオ SEM 像

a: 氷晶形成によって変形したエマルション中の油滴（暗い部分）

b: 高圧凍結法を用いて凍結したエマルション。油滴は球状。

アピール ポイント

クライオ SEM を用いることによって化粧品、接着剤、電池材料などのエマルションや、水を含んだ様々な溶液の微細構造や、溶液中の粒子の分散状態を、高分解能で見ることができます。身の回りにある“水を含む液状のモノ”の構造や性質、そして機能を理解し、より良い製品づくりにつなげる手助けになることが期待されます。