

# Cryo-FIB を用いた高分子エマルジョンの観察

鈴木俊明\* 長澤忠広\*

\*日本電子株式会社 SM 事業ユニット SM アプリケーショングループ

## 1. はじめに

水性の接着剤であるポリ酢酸ビニル=エマルジョンは低ガラス転移点(Tg)の含水試料である。Cryo-SEM はこれらの試料を凍結状態で観察 (Fig.1) できる。また、Cryo-SEM には切断用の冷却ナイフが内蔵されており試料の切断面を観察することもできる。ポリ酢酸ビニル=エマルジョンを Cryo-SEM で粒子の切断面の観察をする と内部に微細な構造があるかのような像 (Fig.2) が得られる。この像は実際に内部構造があるという可能性と、切断によるアーティファクトの可能性が考えられる。今回マルチビームシステム JIB-4600F に Gatan 製の Cryo システムの ALTO2500( 付図1~3) を取り付け、ポリ酢酸ビニル=エマルジョンを凍結状態でFIBによる断面加工/SEM 観察を可能とし、断面構造の検証を行った。また、同試料でクライオミクロームによる凍結切片の作製も行い、Cryo-TEM で併せて検証を行った。

## 2. 実験及び結果

本装置によりポリ酢酸ビニル=エマルジョンを凍結状態でFIBによる断面加工/SEM 観察を試みた結果、切断時に見られるような微細な構造は無く平滑な断面像 (Fig.3) が得られた。また、クライオミクロームによる凍結切片のTEM 観察でも同様な結果 (Fig.4) が得られており、ポリ酢酸ビニル=エマルジョンの粒子には内部構造が無い可能性が大きいことがわかった。このように Cryo システムとマルチビームシステムを組み合わせた Cryo-FIB によりポリ酢酸ビニル=エマルジョンの粒子構造に関し新しい知見を得ることができ非常に有効であることがわかった。

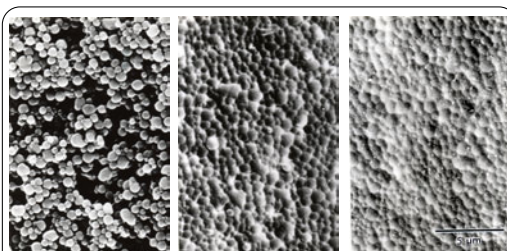


Fig.1  
Cryo-SEMによるポリ酢酸ビニル=エマルジョンの乾燥によるフィルム化の観察

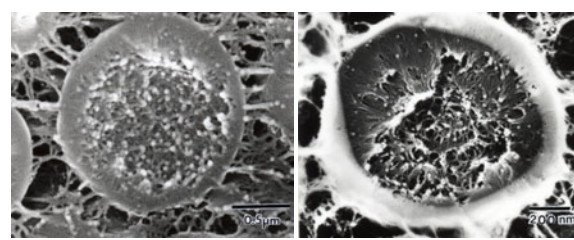


Fig.2  
Cryo-SEM/フリーズフラクチャによるポリ酢酸ビニル=エマルジョンの断面の観察  
いずれの結果からも断面に微細な構造が観察される。



Fig.3-1  
FIBによりボックス加工された部分のSIM像

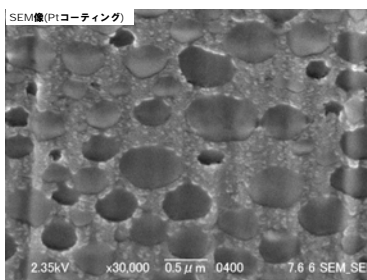


Fig.3-2  
断面のSEM像

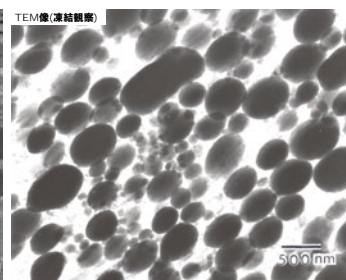
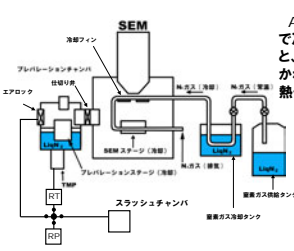


Fig.4  
凍結切片のTEM像

凍結状態でFIB加工 (Fig.3-1)した断面をSEM観察した結果、断面は無構造であることが推測された (Fig.3-2)。また、同種の試料の凍結切片のTEM像 (Fig.4)からも無構造であることが推測される。

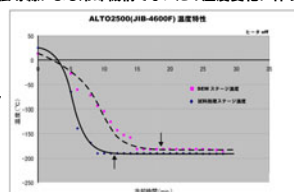


付図1  
JIB-4600Fに取り付けたALTO2500



付図2  
ALTO2500システムの構成

ALTO2500を取り付けたJIB-4600Fの外観を示す (付図1)。本システムは液体窒素で冷却されたN<sub>2</sub>ガスをチューブに流し冷却フィンとステージを冷却するSEMステージ部分と、切断やコーティングを行うプレバレーションチャンバ部分の2つのユニット (付図2)に分かれる。本システム特有の冷却機構により、ステージの冷却速度は速く (付図3)、金属の熱伝導線による冷却機構でないため温度変化に伴うステージのドリフトが非常に少ない。



付図3  
ALTO2500の温度特性