

ナノ粒子のサイズ分布計測のための電子顕微鏡用調製試料の品質

Specimen quality labeling for nanoparticle size distribution measurements

by electron microscope

産総研 ○黒河 明、熊谷 和博

AIST ○Akira Kurokawa, Kazuhiro Kumagai

E-mail: a-kurokawa@aist.go.jp

ナノ粒子のサイズ分布を測定するとき、高い空間分解能を備える SEM や TEM の電子顕微鏡法は粒子サイズの個別測定ができる手法として高い精度が期待される[1]。その粒径測定用の電子顕微鏡試料は、粒子の凝集や積層が抑制され解析に適した顕微鏡像が得られるように調製されていることが必要である。ナノ粒子の分散液を基板に滴下して基板上に粒子を展開する方法は多用される試料調製法であるが、溶媒の自然乾燥時にリング状の粒子凝集(コーヒーリング)を伴う(図 1)。この現象を抑制するためインクジェット法と凍結乾燥法を併用した試料調製法を試みてきた[2]。その結果、試料調製条件ごとにナノ粒子の展開の均質性を整理するために、調製試料の品質を示す指標が必要となった。

本報告では、品質指標として二段階判定による整理法を述べる。第一段階は、滴下乾燥痕の辺縁部の粒子の高濃度集積(コーヒーリング)の有無を判定する。リングがないとき、第二段階として滴下乾燥痕内におけるナノ粒子の

密度分布の均一性を評価する。これにより試料調製条件の探索時には、第一段階で蛍光ナノ粒子を用いた光学顕微鏡法を用いることができ、電子顕微鏡法に替わるスクリーニング法としての利点がある。図 2 は、蛍光ナノ粒子分散液を支持膜付きグリッドに 70 pL 滴下し得られナノ粒子調製試料の例であり、それぞれ第一段階判定でリング形成の有無が成される試料調整条件下で作製されたものである。

謝辞: 本研究の成果は新エネルギー・産業技術総合開発機構「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」により得られた。

- [1] H. Rauscher and G. Roebben (ed.), Towards a review of the EC Recommendation for a definition of the term "nanomaterial", Publications Office of the European Union (2014).
- [2] K. Kumagai, H. Sakurai, A. Kurokawa, 18th Int. Microsc. Cong. Proc., ID-5-P-1832 (2014).

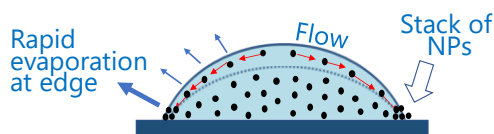


Fig. 1. Ring-shaped agglomeration by natural drying a droplet of particle suspension.

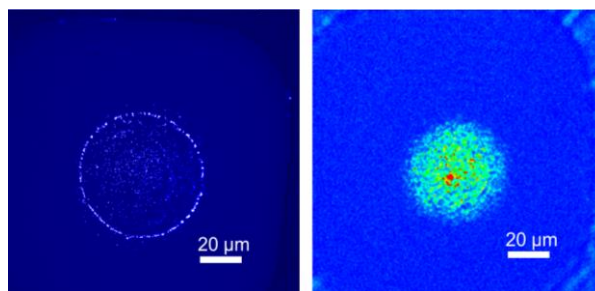


Fig. 2. Dried droplet of the suspended fluorescent polystyrene-latex particles with the diameter of 100 nm with a ring-shaped agglomeration (left) and without the ring formation (right).