

## 透過型電子顕微鏡用液体試料循環型ナノカプセルの開発 及びその場純水凍結過程のリアルタイム観察

Fabrication of Liquid Flow Nanocapsules for Transmission Electron Microscopy  
and In-Situ Observation of Water Freezing Process in Real Time

(M2)佐竹 直仁<sup>1</sup>, ○(M1)村上 智紀<sup>1</sup>, (M1)高橋 大翔<sup>1</sup>, (B4)藤本 充紀<sup>1</sup>, Li Xiaoguang<sup>2</sup>,  
竹口 雅樹<sup>2</sup>, サンドゥー アダルシュ<sup>1</sup>

電気通信大学<sup>1</sup>, 物質・材料研究機構<sup>2</sup>

Naohito Satake<sup>1</sup>, ○Tomoki Murakami<sup>1</sup>, Hiroto Takahashi<sup>1</sup>, Mitsuki Fujimoto<sup>1</sup>, Li Xiaoguang<sup>2</sup>,  
Masaki Takeguchi<sup>2</sup>, Adarsh Sandhu<sup>1</sup>

University of Electro-Communications<sup>1</sup>, National Institute for Materials Science<sup>2</sup>

E-mail: sandhu@uec.ac.jp

### 1. はじめに

物質内部の情報を原子スケールで解析することが可能な装置として透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy : TEM)が挙げられる。TEMの問題点として、試料室内を高真空に保つ必要があるため通常は乾燥試料の観察に限られてしまう。一方、近年では高真空下で使用可能なセルに液体を密封することで液体試料の観察が行われる報告もなされている[1]。しかし、液体を混合させながらリアルタイムで観察可能な使い易いTEM技術がまた不十分である。

本研究では半導体微細加工技術を用いて液体をTEM装置外部から導入可能な液体試料循環型ナノカプセルの作製を目的とした。また、作製したナノカプセルの評価、応用実験としてペルチェ式加熱・冷却TEMホルダーを用いた観察を行った。

### 2. 実験方法

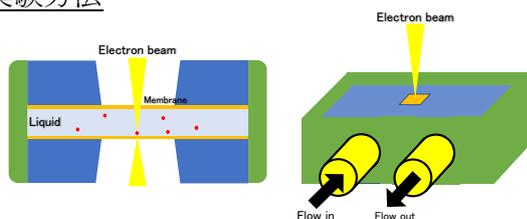


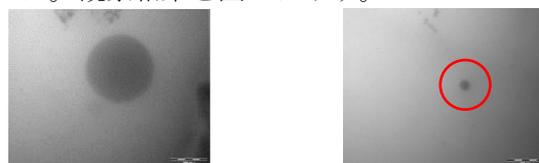
図1 Schematic of liquid flow nanocapsule

図1は作製したナノカプセルの概要である。ナノカプセルは流路を持ち、液体を流しながら観察することが可能である[2]。また、高真空下でも液体がリークしない構造をしており、TEM内で使用可能な条件を満たしている[3]。実験の際は液体試料はTEMの外部からシリンジで導入した。通常観察はJEM-2010、ペルチェ式加熱・冷却TEMホルダーを用いた実験はJEM-2100を用いた。

### 3. 観察結果

粒径が200 nmのSiO<sub>2</sub>粒子や60 nmの金ナノ粒子を純水に混合してTEM外部から導入し、観察を

行った。観察結果を図2に示す。

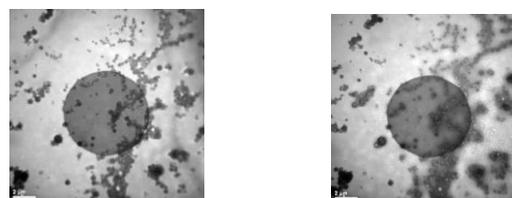


(a) SiO<sub>2</sub>

(b) Au nanoparticle

図2 Observation results of nanoparticles

また、ペルチェ式加熱・冷却TEMホルダーを用いて冷却実験を行った。純水に200 nmのSiO<sub>2</sub>粒子と70 nmのC粒子を混合し、カプセル内に導入した。その結果、試料が凍結する様子を観察することができた。凍結前後の観察結果を図3に示す。



(a) Before freezing

(b) Frozen samples

図3 Observation results of freezing process

### 4. まとめ

今回の結果から、本ナノカプセルがTEMによる液体試料観察に有用であることが示された。また、温度変化実験などに应用可能な耐久性があることも分かった。今後はさらなる高倍率での観察や応用実験に着手する。

### 謝辞

本研究の一部はJST A-STEP JPMJTM20KUの支援を受けたものである。また、ペルチェ式加熱・冷却TEMホルダーは北野精機株式会社様より、借用させていただきました。ご協力していただいた方々に心より感謝申し上げます。

### 参考文献

- [1] Shengda Pu et al. *R. Soc. Open sci.*, Vol. 7 (1), (2020)
- [2] T. Takamura et al. *The Irago Conference*, P39 (2016)
- [3] S. Ly et al. *The Irago Conference*, P26 (2019)