

Annual Meeting of the Japan Society of Vacuum and Surface Science 2021

Cryo-TOF-SIMS/SEM による溶液試料の組成・構造解析

○矢渕 翼^{1*}, 小栗 雅史¹, 青木 弾², 福島 和彦²¹花王株式会社 解析科学研究所, ²名古屋大学大学院生命農学研究科

Composition and structural analysis of solution samples by Cryo-TOF-SIMS/SEM

○Tsubasa Yabuchi^{1*}, Masashi Oguri¹, Dan Aoki² and Kazuhiko Fukushima²¹R&D - Analytical Science Research, Kao Corporation, ²Graduate School of Bioagricultural Sciences, Nagoya University

1. はじめに

スキンケア製品やファブリックケア製品などの日用品には、複数の成分が配合された溶液製品が数多くある。成分の組み合わせや配合方法により、溶液内に様々な微細構造が形成されており、この組成と構造は、製品の機能発現に関わっている。溶液構造を直接捉える技術としては、Cryo-SEM が有効である。一方で、溶液のような含水試料の成分分布を分析する技術として TOF-SIMS の冷却測定¹⁾などがあるが、この技術単体では詳細な構造情報の取得は難しく、溶液微細構造に対して成分分布を分析した報告はない。そこで Cryo-SEM と Cryo-TOF-SIMS を組み合わせた Cryo-TOF-SIMS/SEM に着目した。この技術は、これまで木材等の研究に使用されており、構造と成分分布を照らし合わせた分析を実現している²⁾。この技術を溶液試料に応用することができれば、溶液中の微細構造と組成の関係を明確にすることができ、溶液の機能発現機構の解明に繋がること期待できる。本研究では、Cryo-TOF-SIMS/SEM のモデル柔軟剤への応用を検討した。

2. 実験

モデル柔軟剤は、柔軟主基剤であるトリエタノールアミン脂肪酸エステル 4 級塩（以下テトラニルと略す）、テトラニルの加水分解を抑制するパルミチン酸イソプロピル、他数種類の副成分を配合し、配合方法の違いによりテトラニルの加水分解量が異なる 2 種類の試料を用意した。これらの試料は液体窒素で急速凍結した後、リトトームで断面を作製した。

装置は名古屋大学大学院生命農学研究科にある Cryo-TOF-SIMS/SEM を用い、Cryo-TOF-SIMS、Cryo-SEM の順で測定した。Cryo-TOF-SIMS は加速電圧 22 kV の Au⁺を一次イオンとして約-130°Cで測定し、

Cryo-SEM は-80°Cで 20 分昇華後に-120°Cで測定した。

3. 結果と考察

モデル柔軟剤を測定した結果、Cryo-SEM によって球状の構造が観察され、Cryo-TOF-SIMS によって、その構造に各成分の分布情報を直接照らし合わせることに成功した(Fig. 1)。さらに、詳細に解析すると、柔軟主基剤であるテトラニルのアルキル鎖の数や長さの違いで、空間分布が異なることが明らかとなり、テトラニルの種類によって構造形成への寄与が異なることを示唆した。また、テトラニルの加水分解量が異なるモデル柔軟剤と比較することで、加水分解が抑制された柔軟剤では、特定のテトラニルがパルミチン酸イソプロピルから成る油滴に含まれていることが分かり、加水分解抑制機構について新しい視点を獲得することができた。以上の結果より、Cryo-TOF-SIMS/SEM は溶液の組成・構造解析を行うのに非常に強力な手段となることが示された。

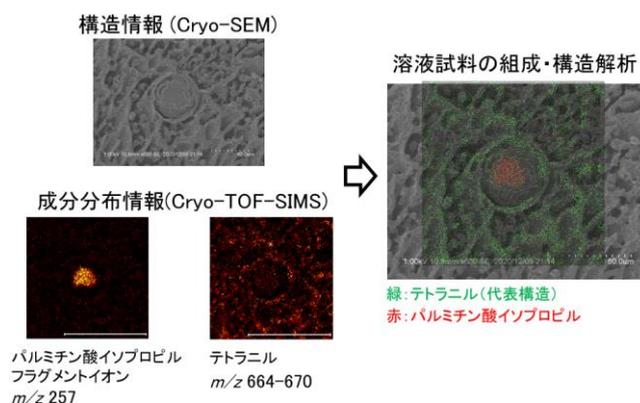


Fig. 1. Cryo-TOF-SIMS/SEM によるモデル柔軟剤の組成・構造解析の結果

文 献

- 1) T. L. Colliver *et al.*: Anal. Chem. **69**, 2225 (1997).
- 2) K. Kuroda *et al.*: Surf. Interface Anal. **45**, 215 (2013).

*E-mail: yabuchi.tsubasa@kao.com