

様々な手法で加工した走査型電子顕微鏡用の断面の比較

吉田 すずか

北海道大学 工学系技術センター技術部

1. はじめに

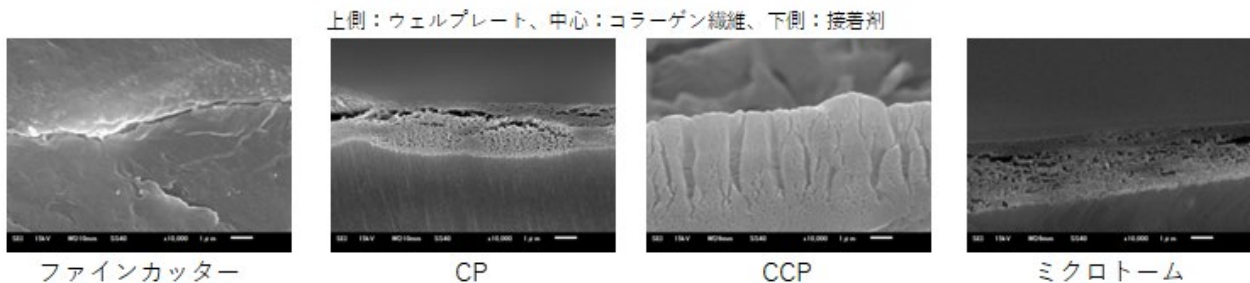
当施設の走査電子顕微鏡(以下 SEM)は、金属試料を中心とした無機物を扱う利用者に多く使用されている。試料の観察・分析の他、断面を観察するために、クロスセクションポリッシャ(以下、CP)、クライオクロスセクションポリッシャ(以下、CCP)で断面加工することが多い。一方で、年々有機物を扱う利用者も増加しており、熱に弱い有機物試料でも SEM の観察に必要な断面加工を行う必要がある。そのため、共用装置として稼働している CP、CCP、自動回転研磨機、ファインカッター、マイクロトームを用いて試料に対してそれぞれの装置によって得られる断面を SEM で比較した。

2. 方法

試料は、ウェルプレートの底面側に石灰化コラーゲンのコートをしている熱に弱い有機物を用いた。コラーゲン側を接着剤でコーティングし、ウェルプレート側を回転研磨機で削り、試料を薄くした。試料は、①ファインカッターで切断、②CP(4 kV で 18 時間)で断面加工、③CCP(4 kV で 14 時間)で -120°C で冷却しながら断面加工、④マイクロトーム(4 時間)で加工した。④の前処理として、断面部分をできる限り平らにするためにカミソリで試料の断面部分を 50 μm 程度削った。マイクロトームのガラスナイフで断面部分を削り、仕上げにダイヤモンドナイフを用いて、0.2 mm/s の速度で約 3 μm 削った。作製した試料は、Pt コーティングで 90 秒コーティングし、SEM の試料台にカーボンテープで接着した。加速電圧 15 kV、照射電流量 40 で SEM 観察を行なった。

3. 結果

ファインカッターでは、試料の断面部分が潰れて観察が不可能であった。CP では、ウェルプレート側が溶けていたが繊維を観察することができた。CCP では、CP に比べてイオンビームの出力が強いため、加工時にウェルプレート側と接着剤が剥がれたと考えられる。画像は接着剤側のみになっている。マイクロトームではイオンミリングの CP と遜色なく、断面の作製が出来ている。



4. おわりに

TEM の切片作製によく用いられるマイクロトームだが、試料によっては SEM 用の断面作製に向いている。今後、当施設での断面加工の手法の一つとして活用していこうと考えている。