

ALTO シリーズ (Cryo システム) の概要

SEM や複合イオンビームシステムに取り付ける Cryo システムとして ALTO シリーズ(Gatan UK 製)がある。フィールドエミッション電子銃を備えた SEM に適した ALTO2500 (図 1)、汎用 SEM 用の ALTO1000 (図 2)の 2 機種がある。

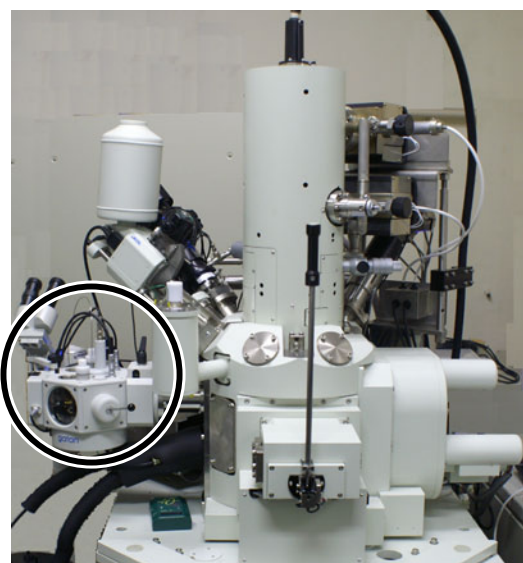


図 1 ALTO2500 の外観

JIB-4600F に取り付けられた ALTO2500

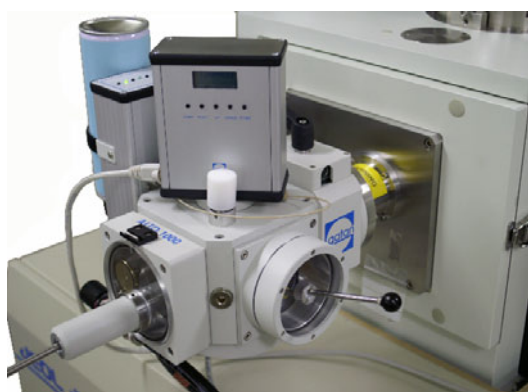


図 2 ALTO1000 の外観

JIB-4500 に取り付けられた ALTO1000

これらのシステムは Cryo(プレパレーション)チャンバと冷却ステージに分かれる。図 3 に ALTO2500 のシステムの概略図を示す。

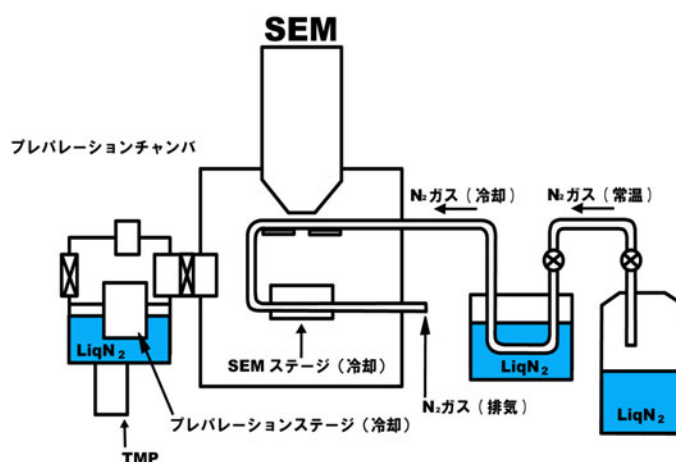


図 3 ALTO2500 のシステムの概略

ALTO2500 の概略図を示す。液体窒素で冷却された窒素ガスにより SEM ステージと冷却フィンを低温に保つのが最大の特徴である。また、Cryo チャンバは単独のターボモレキュラポンプで真空排気する。

冷却ステージの冷媒には液体窒素温度まで冷却された窒素ガスをチューブにより SEM 試料室内を循環させ、トラップ用の冷却フィン、ステージの冷却を行う。図 4 左に窒素ガス供給タンク(オプション)、図 4 右に窒素ガス冷却槽を示す。



図 4 窒素ガス供給タンク(左)と窒素ガス冷却槽(右)

左に示す窒素ガス供給タンクより発生させた窒素ガスを右に示す窒素ガス冷却槽で液体窒素温度まで冷却後チューブにより SEM 試料室内を循環させ、フィン、およびステージを冷却する。

到達温度は-190℃以下(図 5)で、そこまでに達する時間も約 15 分と非常に短い。

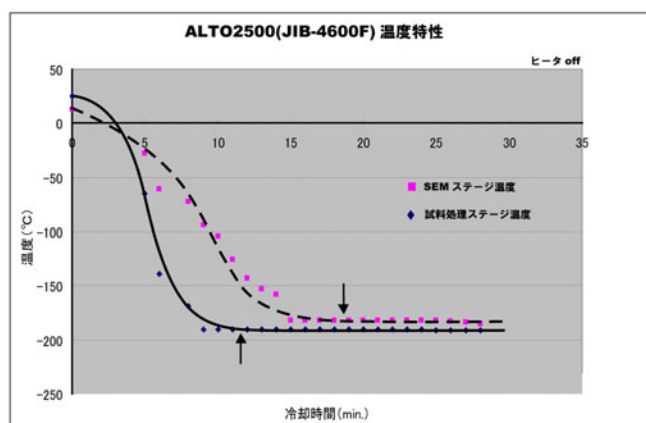


図 5 ALTO2500 の冷却特性 1

実線は Cryo チャンバ、破線は冷却ステージの冷却特性を示す。冷却ステージは約 15 分で -190℃以下に達する。

また、ヒーターによりステージの温度は±1℃の精度でコントロール(図 6)できる。

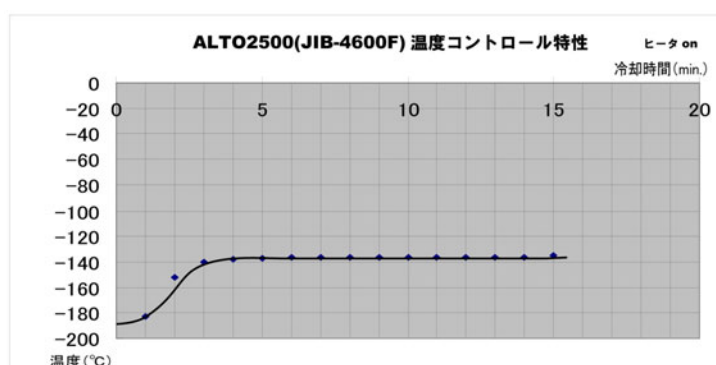


図 6 ALTO2500 の冷却特性 2

ヒーターにより±1℃の精度でステージの温度コントロールが可能である。

これにより SEM 試料室内の真空度に応じた氷の昇華、すなわちエッチングを正確に行うことができる。この特徴的な構造により温度変化に伴うステージのドリフトも極めて少ない。Cryo チャンバ(図 7)は SEM 試料室を常に高真空に保てるように個別のターボモレキュラポンプで常に排気されている。試料台はヒーターによる温度コント

ロールが可能である。また、試料切断用の冷却ナイフ(図 8)や、コーティング用のスパッタ装置



図 7 ALTO2500 の Cryo チャンバ

観察窓が大きく冷却ナイフによる切断や、コーティング作業が容易に行える。

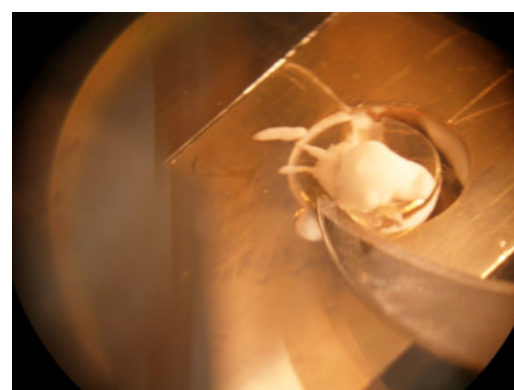


図 8 冷却ナイフによる試料の切断

内蔵の冷却ナイフにより試料の切断が可能である。双眼ルーペにより容易に位置決めが可能である。

が内蔵されており Pt、Au-Pd などの金属コーティングが可能である。また、急速凍結用のスラッシュ室素(半固体窒素)を作製するためのスラッシュチャンバ(図 9)が標準装備されており、沸騰の無い急速凍結が可能である。また、急速凍結後、スラッシュチャンバから Cryo チャンバまでは大気フリーでトランスファーが可能なトランスファーチューブが試料交換棒に取り付けられている(図 10)。



図9 スラッシュチャンバ

液体窒素を真空引きしスラッシュ（半固体）窒素を作製するためのスラッシュチャンバが標準装備されている。この半固体窒素を用いることで沸騰のない急速凍結が可能となる

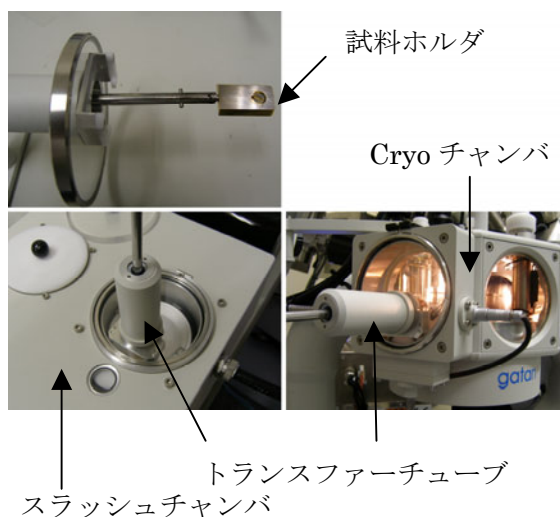


図10 トランスファーチューブ

スラッシュ窒素により急速凍結後、トランスファーチューブに試料ホルダを格納することで試料を大気に触れることなく Cryo チャンバにトランスファーできる

一方、ALTO1000 では冷却ステージはALTO2500 と全く同じ機構からなる。Cryo チャンバ側はターボモレキュラポンプで排気することではなく、冷却ナイフ、コーティング用のスパッタ装置はオプション構成となる。また、

ALTO1000 では低真空中でSEM 観察時に窒素ガスリークが可能であり霜の付着を防止できる。本機能によりコーティング無しでも高い加速電圧で反射電子による観察が可能であり、エッチングの過程(図 11-1、11-2)も明瞭に観察することができる。

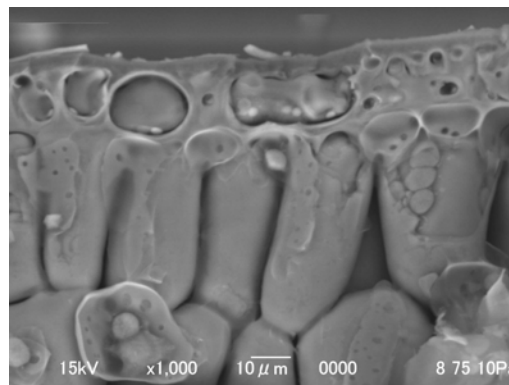


図11-1 植物の葉の断面(エッチング前)

真空度: 20 Pa(反射電子像) 試料温度: -110°C

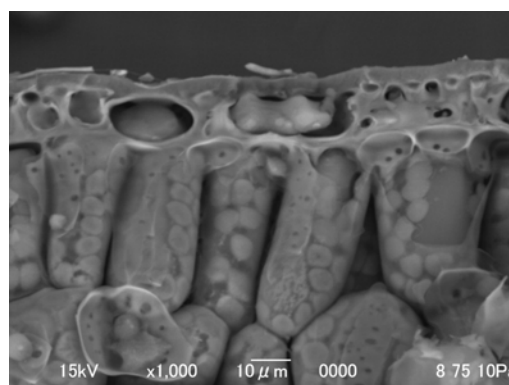


図11-2 植物の葉の断面(エッチング後)

真空度: 20 Pa(反射電子像) 試料温度: -70°C

図 11-1、11-2 とも低真空、反射電子像による観察である。エッチングが進み図 11-1 では見られない細胞内の構造が図 11-2 では見ることができる