

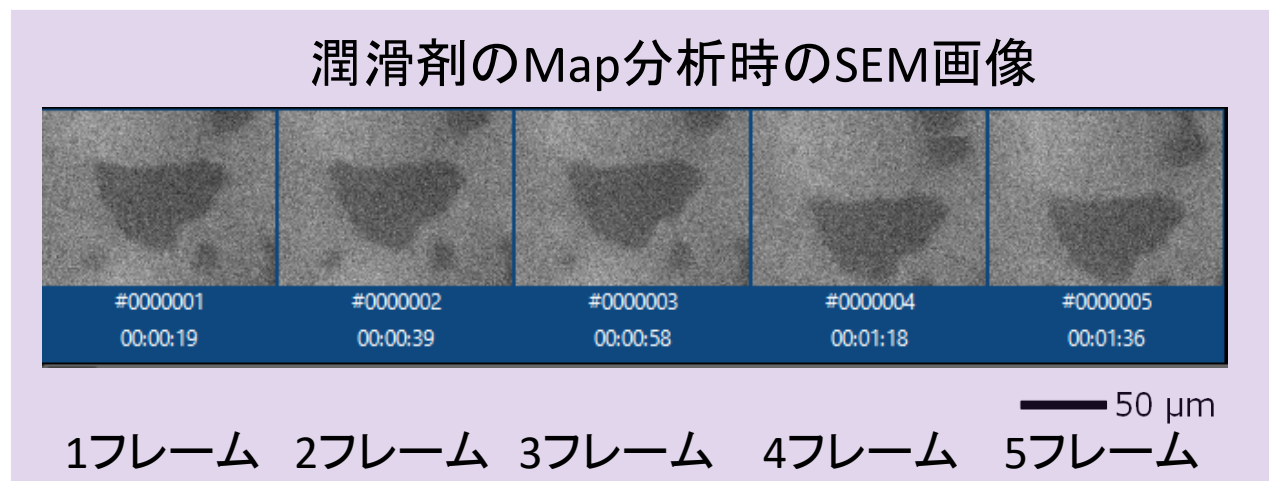
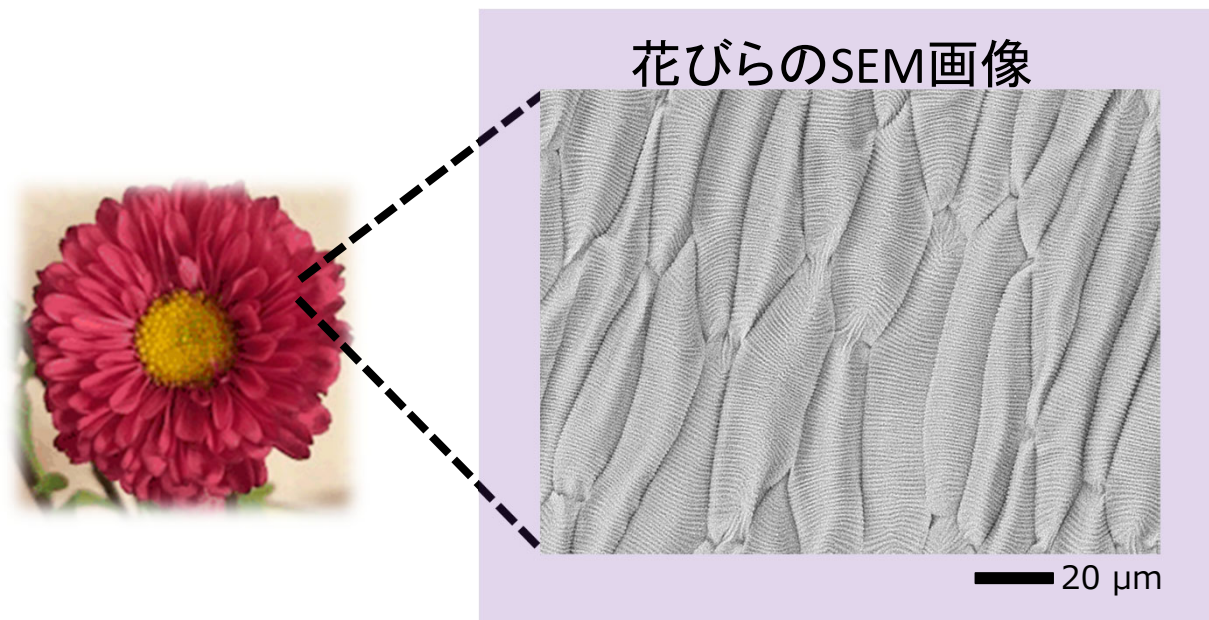
あの難試料が冷やすと見える！ LV冷却ホルダのすすめ

日本電子株式会社

EP事業ユニット EPアプリケーション部 SEMチーム 池谷 綾美

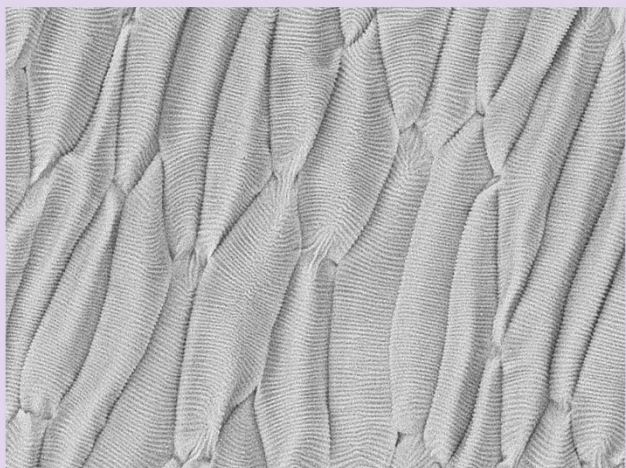


SEM観察で、こんな経験はありませんか...

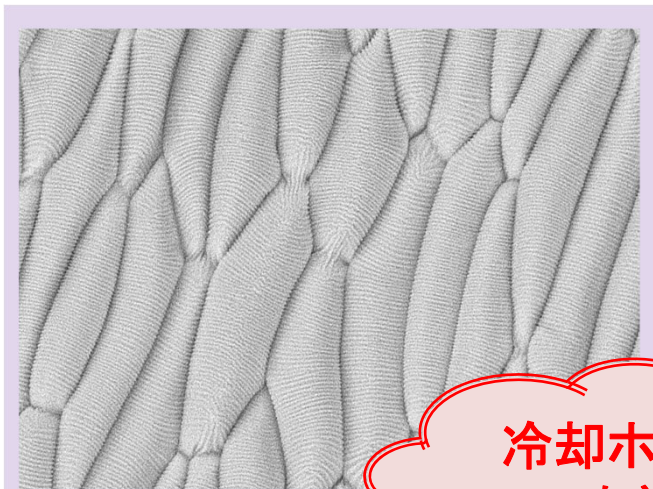


冷却ホルダで改善！

花びらのSEM画像

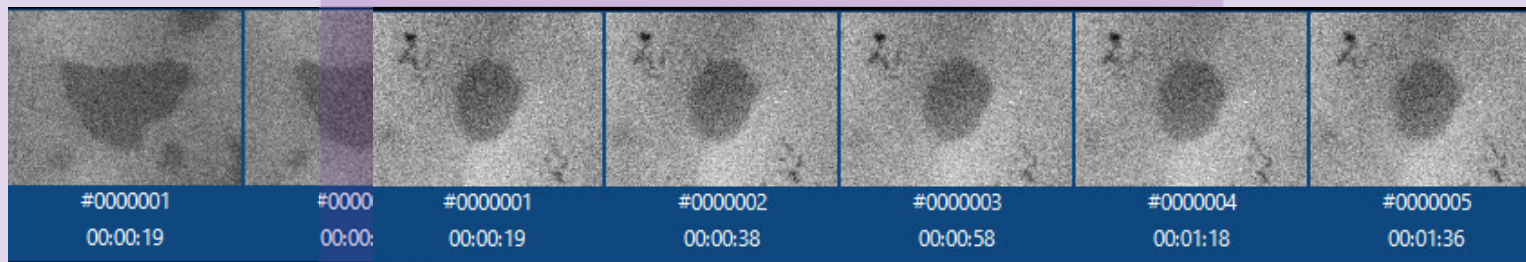


20 μm



冷却ホルダで
改善！

潤滑剤のMap分析時のSEM画像



50 μm

50 μm

目次

- SEM観察・分析の難しい試料

 - 既存手法とその問題点

 - LV冷却ホルダのメリット

- LV冷却ホルダとは

 - 種類の紹介

 - 使用方法

- LV冷却ホルダを使用した
観察事例

 - シイタケの担子

 - 大葉

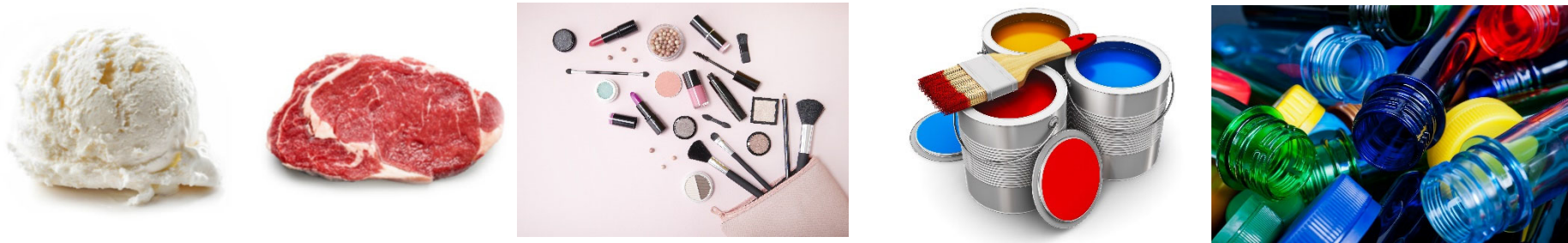
 - 柔軟剤

 - 分析事例

 - プラスチック消しゴム

- まとめ

SEM観察・EDS分析の難しい試料



水分を多く含む試料 融点の低い試料

既存手法とその問題点

- ・化学固定、脱水、臨界点乾燥等
→前処理に時間がかかる
- ・クールステージ、クライオユニット
→高価、取り付け、取り外しに手間
- ・コーティング
→コーティング熱によるダメージ

LV冷却ホルダのメリット

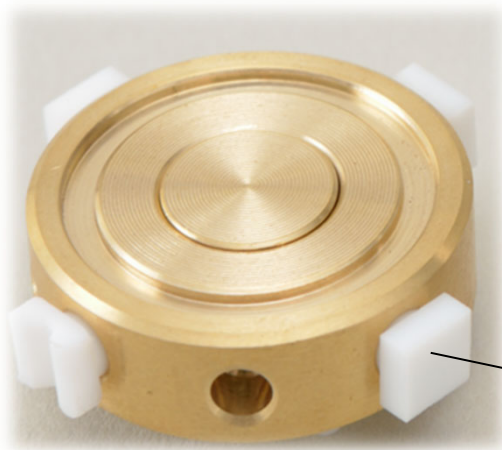
▶ 冷却により物理的に固定できるため不要！

▶ ホルダを冷却するだけで簡単に観察可能！

▶ 低真空機能で観察/分析可能のため不要！

LV冷却ホルダとは

試料と試料ホルダを冷却し
低真空 (LV: Low Vacuum) 機能を使って観察する



LV冷却ホルダ本体
(平皿・ノーマル型)



LV冷却ホルダ本体
(深皿・大容量型)

断熱ブッシュ



防霜キャップ



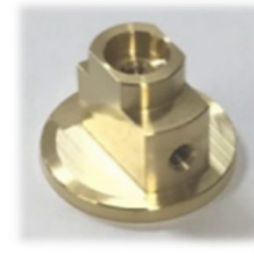
タンク



クライオカット台



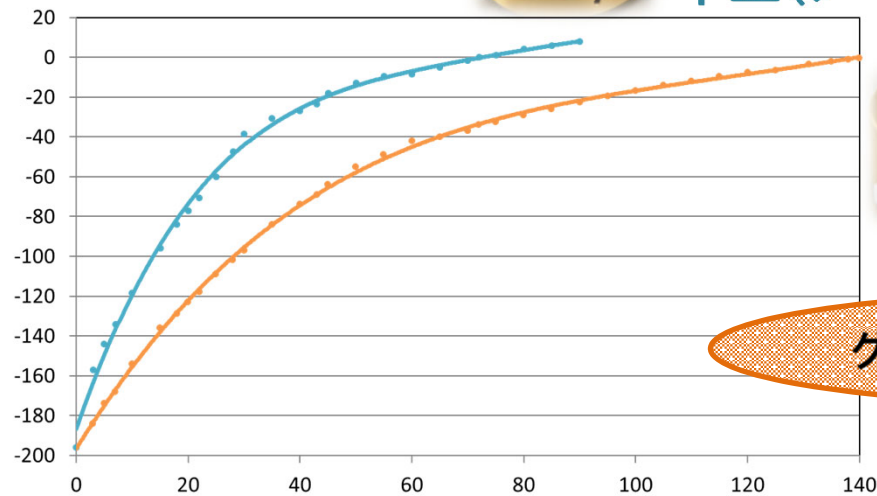
ハンドプレス



試料載台

LV冷却ホルダ 種類と特性

LV冷却ホルダの温度
(°C)



観察開始からの経過時間 (min)



平皿(ノーマル型)

カビ、植物、高分子材料



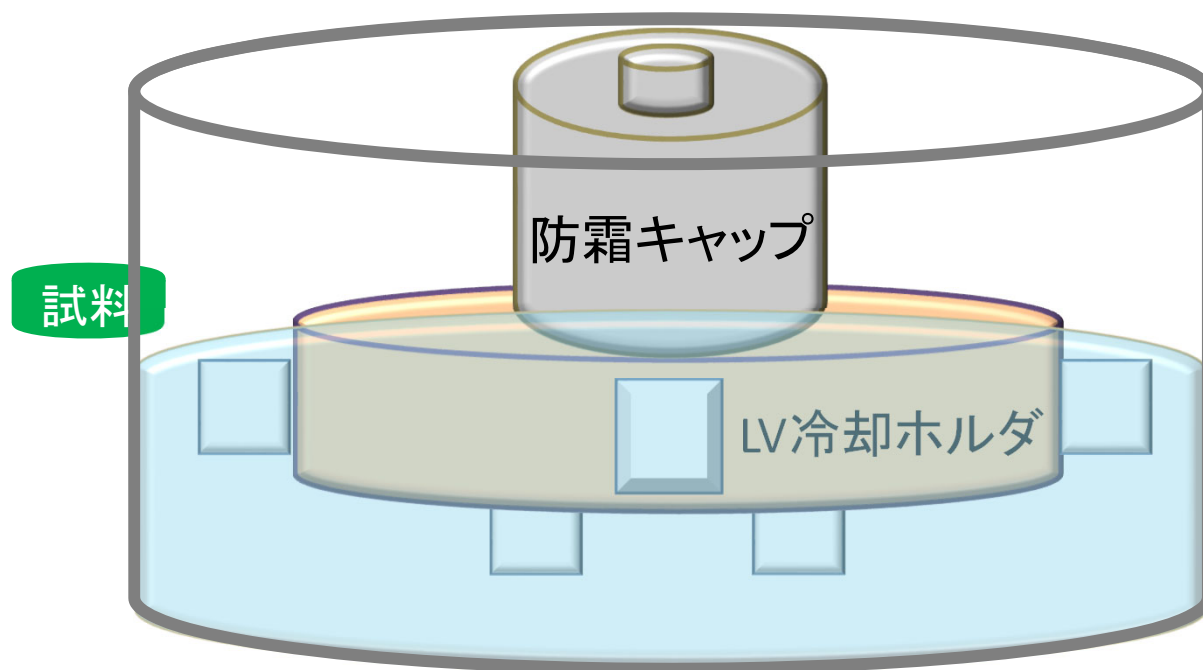
深皿(大容量型)

グリース、チーズ、マヨネーズ

冷却ホルダ	低温保持時間	霜の付着	試料中の水分観察
平皿(ノーマル型)	短い	あり	不可
深皿(大容量型)	長い	なし	可

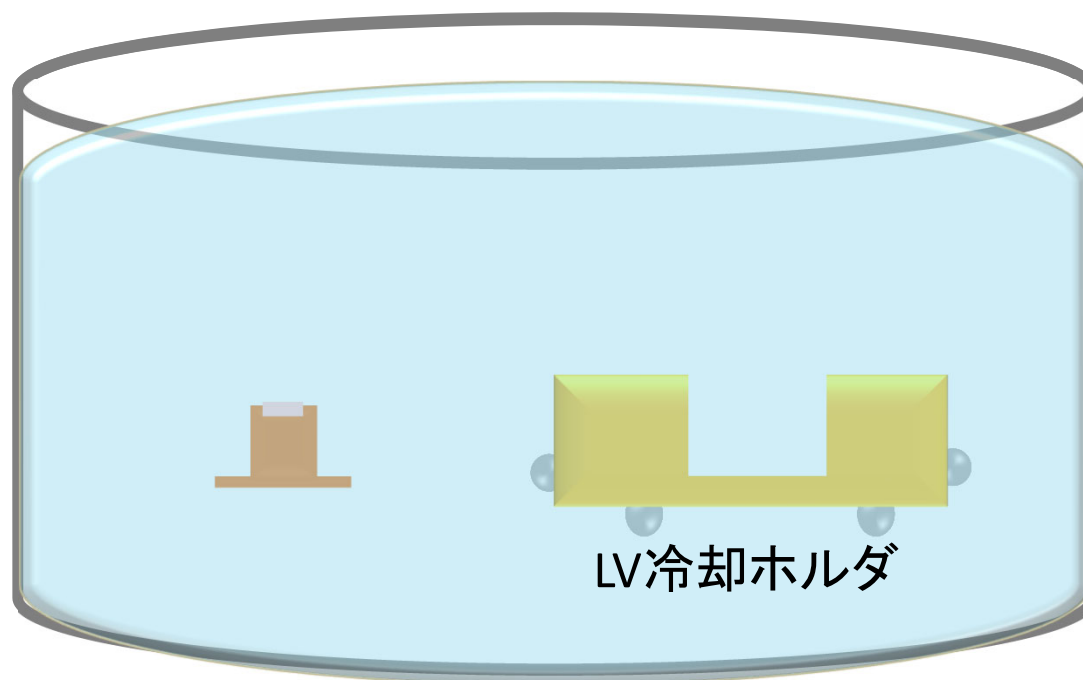
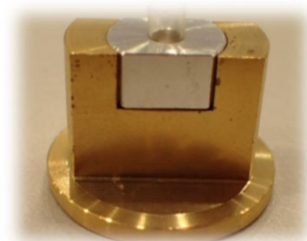
LV冷却ホルダの使い方～平皿（ノーマル型）＋液体窒素使用の場合～

- ①LV冷却ホルダに試料を貼り付ける
- ②タンクや発泡スチロール等の容器にLV冷却ホルダを置く
- ③防霜キャップをLV冷却ホルダに被せる
- ④液体窒素をLV冷却ホルダの上面ぎりぎりまで入れ
試料とLV冷却ホルダを冷やす



LV冷却ホルダの使い方～深皿（大容量型）＋液体窒素使用の場合～

- ①試料載せ台に試料をセット
- ②タンクや発泡スチロール等の容器に液体窒素を入れる
- ③試料を載せた試料台とLV冷却ホルダを入れて冷やす
- ④液体窒素中でLV冷却ホルダのくぼみに試料台を入れる



真空下で収縮しやすい試料

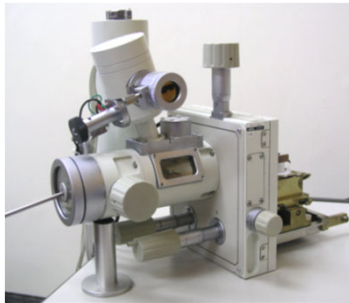
～シイタケの担子～



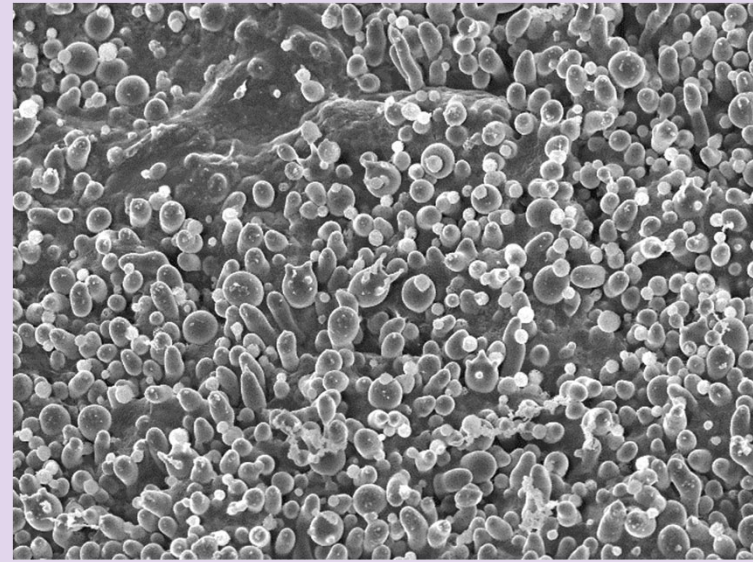
【目標】クライオ法によるシイタケ担子の観察

HV、7 kV、SED、x1,000、Auコーティング

クライオユニット



JSM-IT200LA + Cryo system



10 μm

ステージを冷却し続けることができる→安定した観察が行える
Au蒸着ができる→高真空、二次電子像で鮮明な観察が行える

LV冷却ホルダ使用時の試料作製から観察までの流れ

～シイタケの担子～

シイタケ(傘の裏)を
切り出す

約5 mm角



冷却ホルダに貼り付ける



ノーマル型

液体窒素に浸漬



SEMステージに装着
排気モード:LV



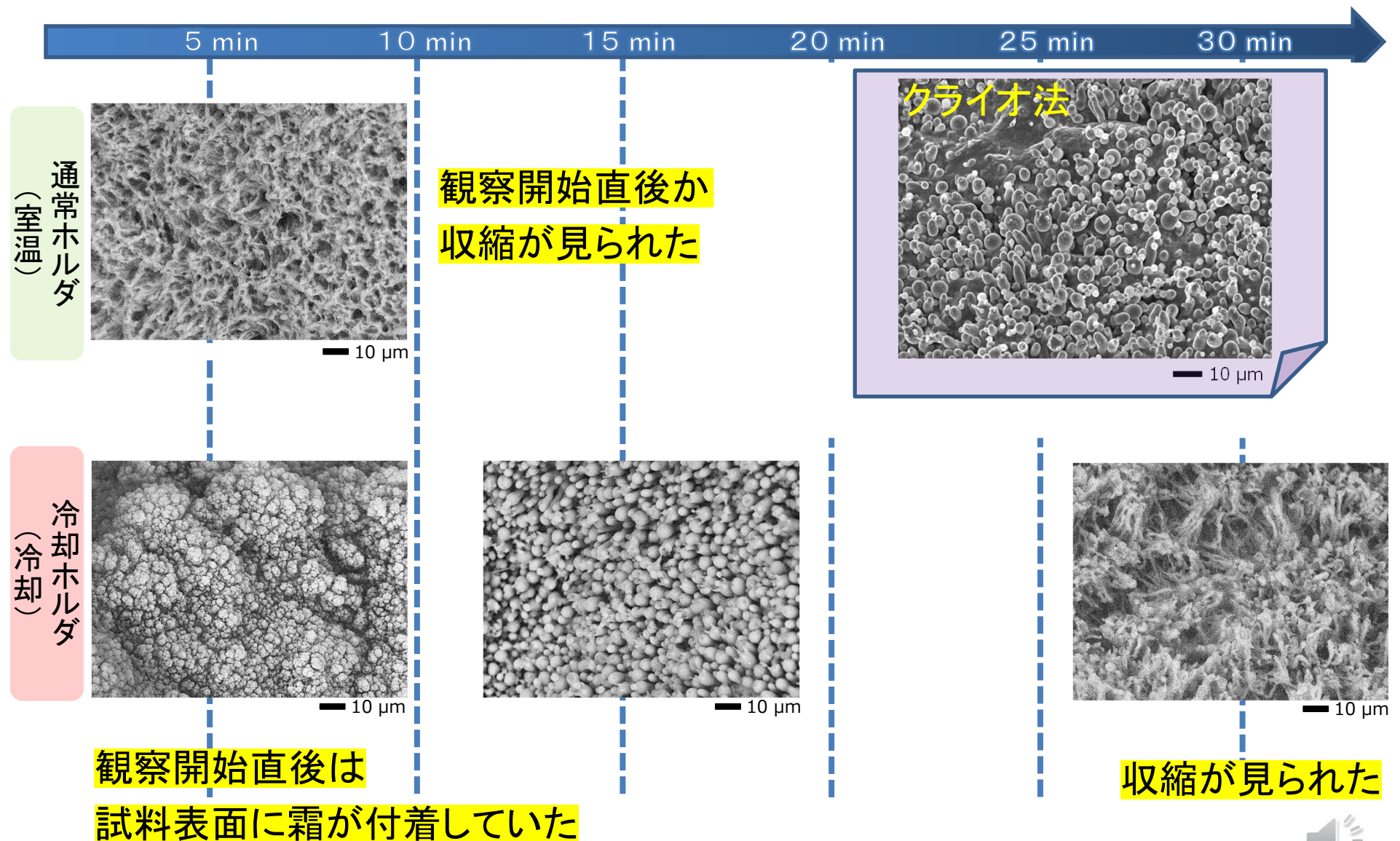
(JCM-7000 :CR Vac.)

観察

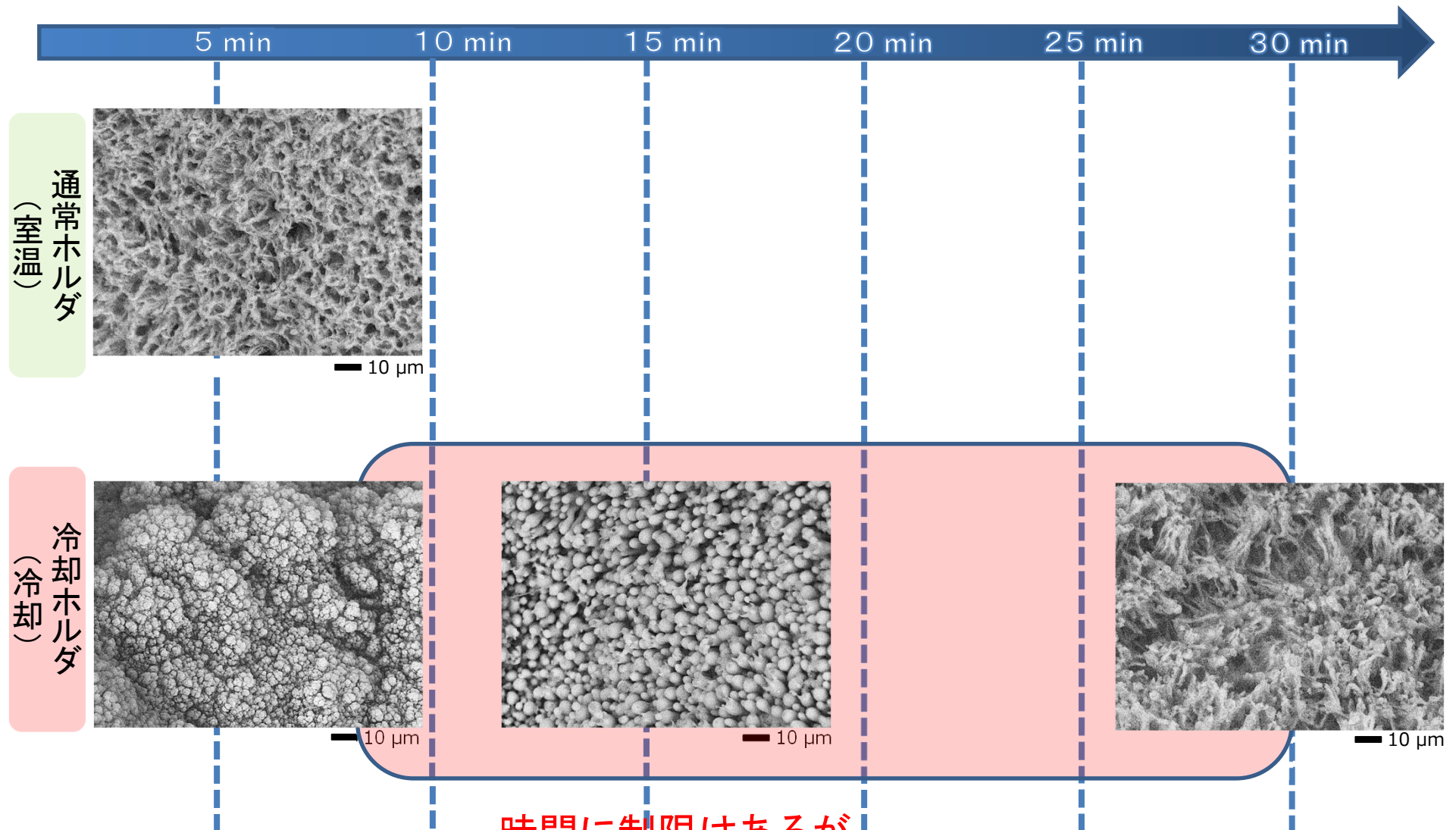


15 kV、BED-S、x1,000

LV冷却ホルダによりしいたけ担子形状の保持時間が延長



LV冷却ホルダによりしいたけ担子形状の保持時間が延長



時間に制限はあるが
無処理でも収縮せずに観察できた

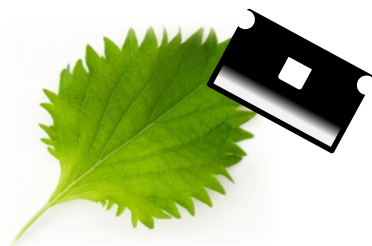
真空下で収縮しやすい試料～大葉～



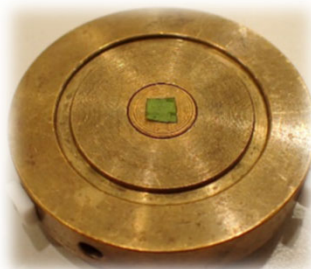
LV冷却ホルダ使用時の試料作製から観察までの流れ

～大葉～

大葉を切り出す
約5 mm角



冷却ホルダに貼り付ける



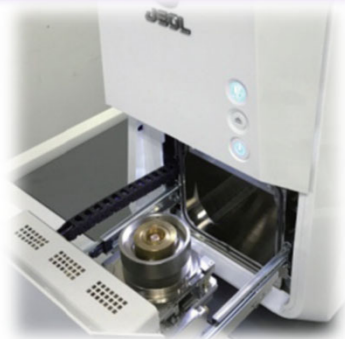
ノーマル型

冷却ホルダを冷やす



亀裂が生じた

SEMステージに装着
排気モード: LV



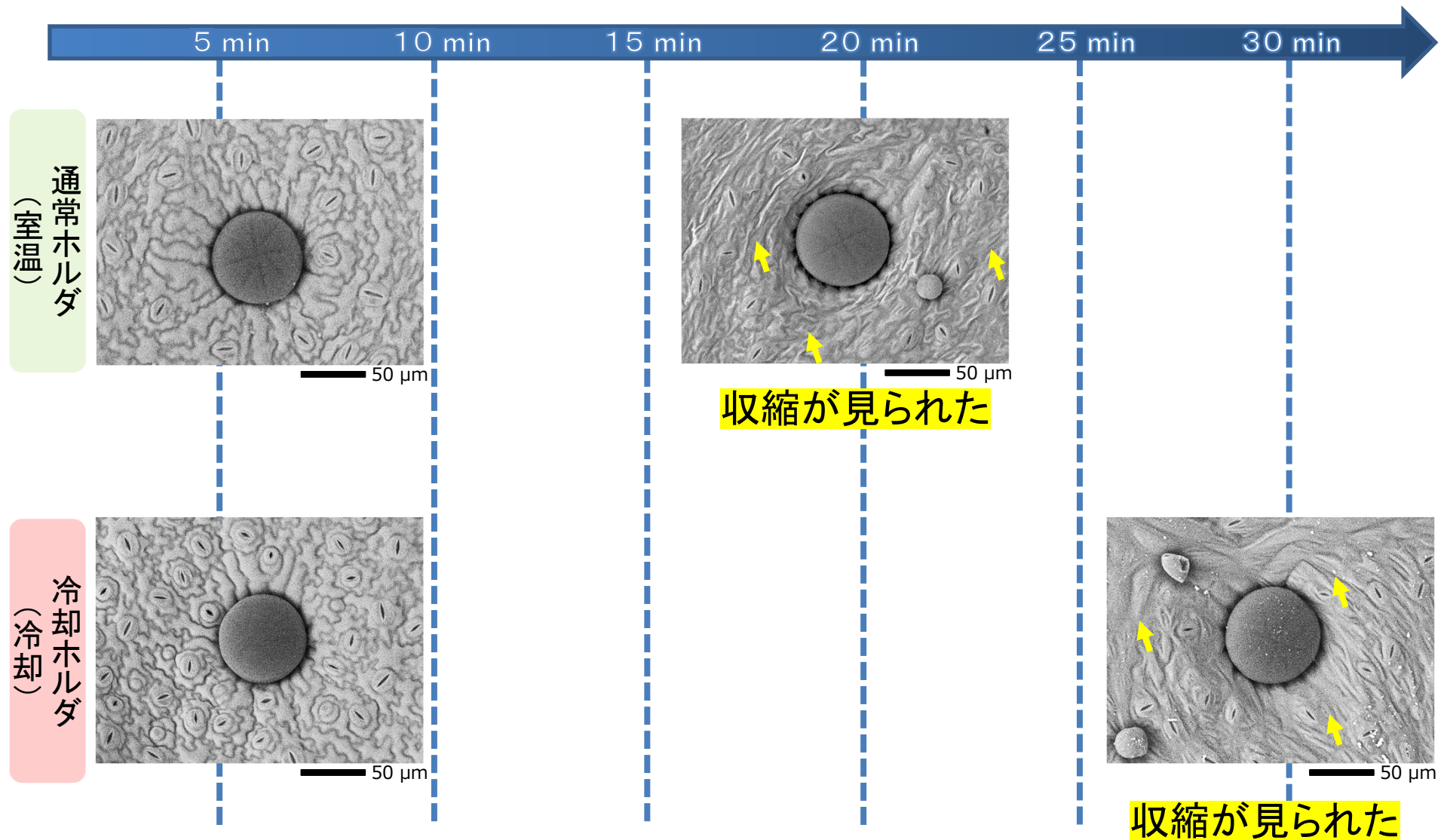
(JCM-7000 :CR Vac.)

観察

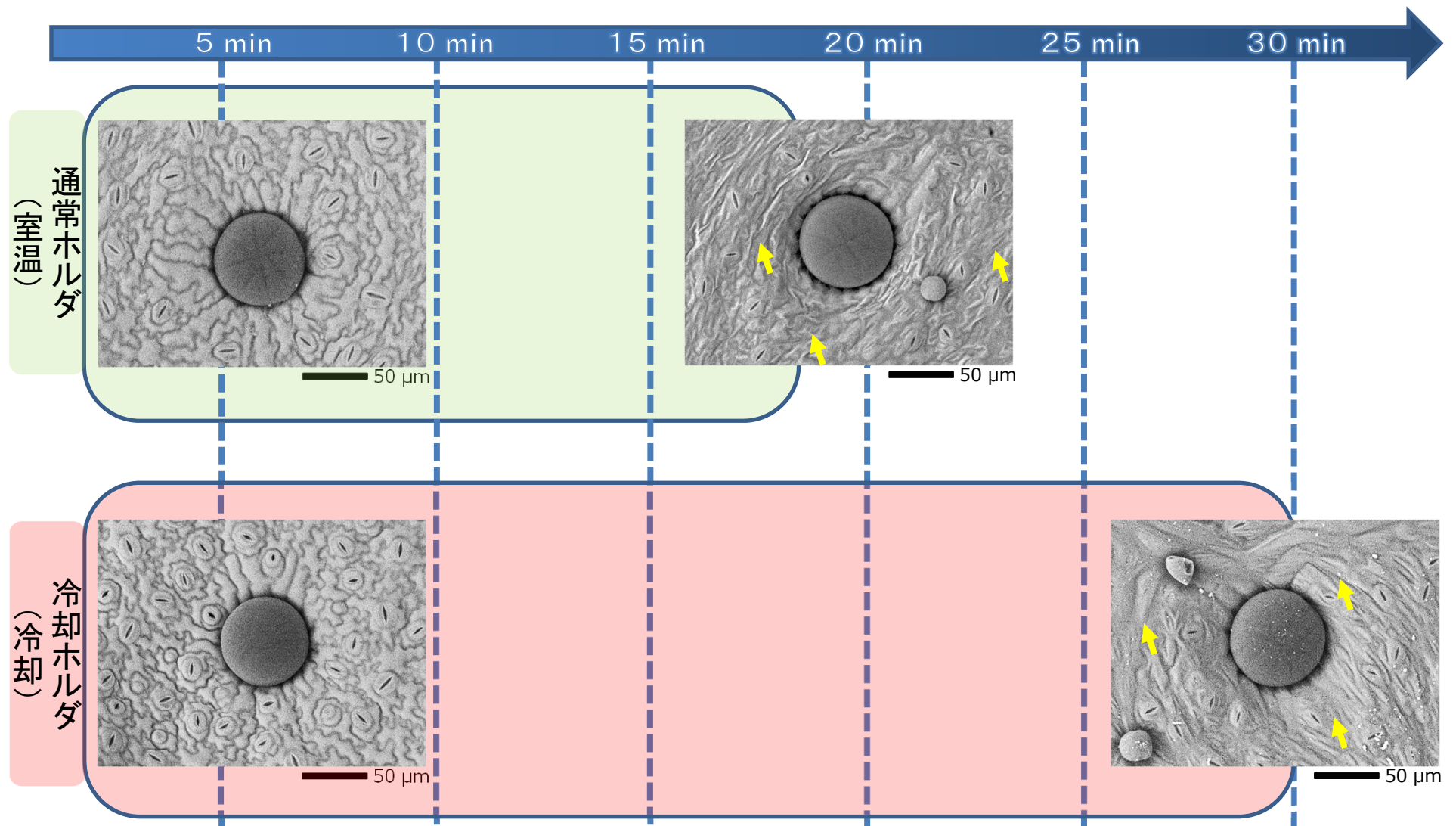


LV、15 kV、BED-S、x500

LV冷却ホルダにより大葉形状の保持時間が延長



LV冷却ホルダにより大葉形状の保持時間が延長

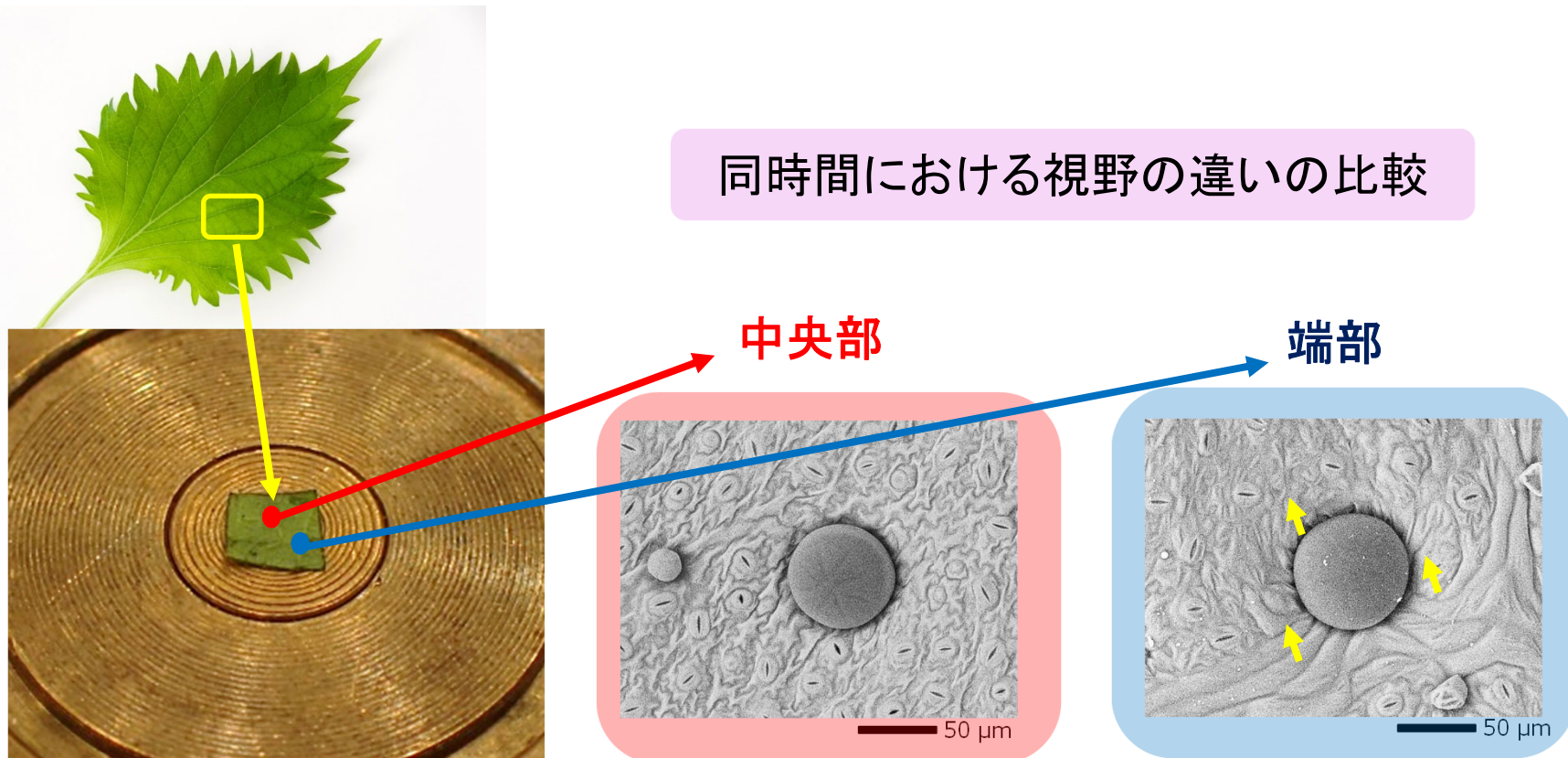


形状の保持時間が長くなった



観察視野の選択で真空収縮を軽減

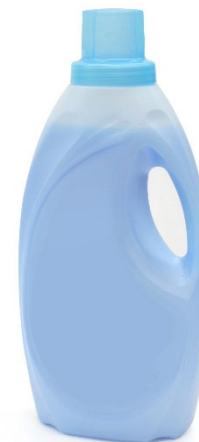
同時間における視野の違いの比較



中央部より端部のほうが、収縮が顕著に現れた

観察視野は中央部を選びましょう

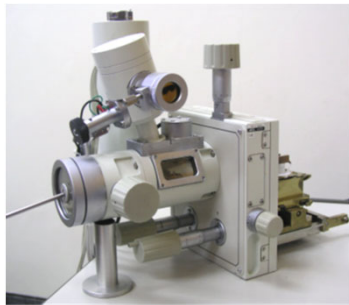
含水量の多い試料～柔軟剤～



【目標】クライオ法による柔軟剤の観察

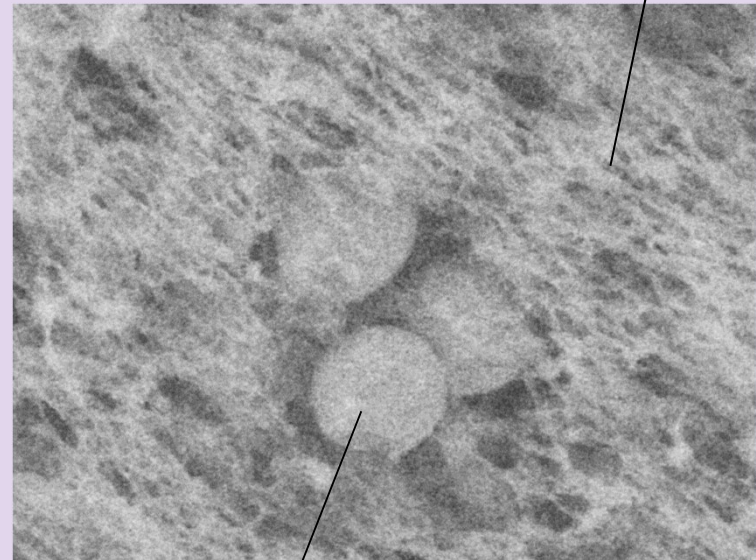
LV、15 kV、BED-S、x2,000

クライオユニット



JSM-IT200LA Cryo system

網目構造



粒子

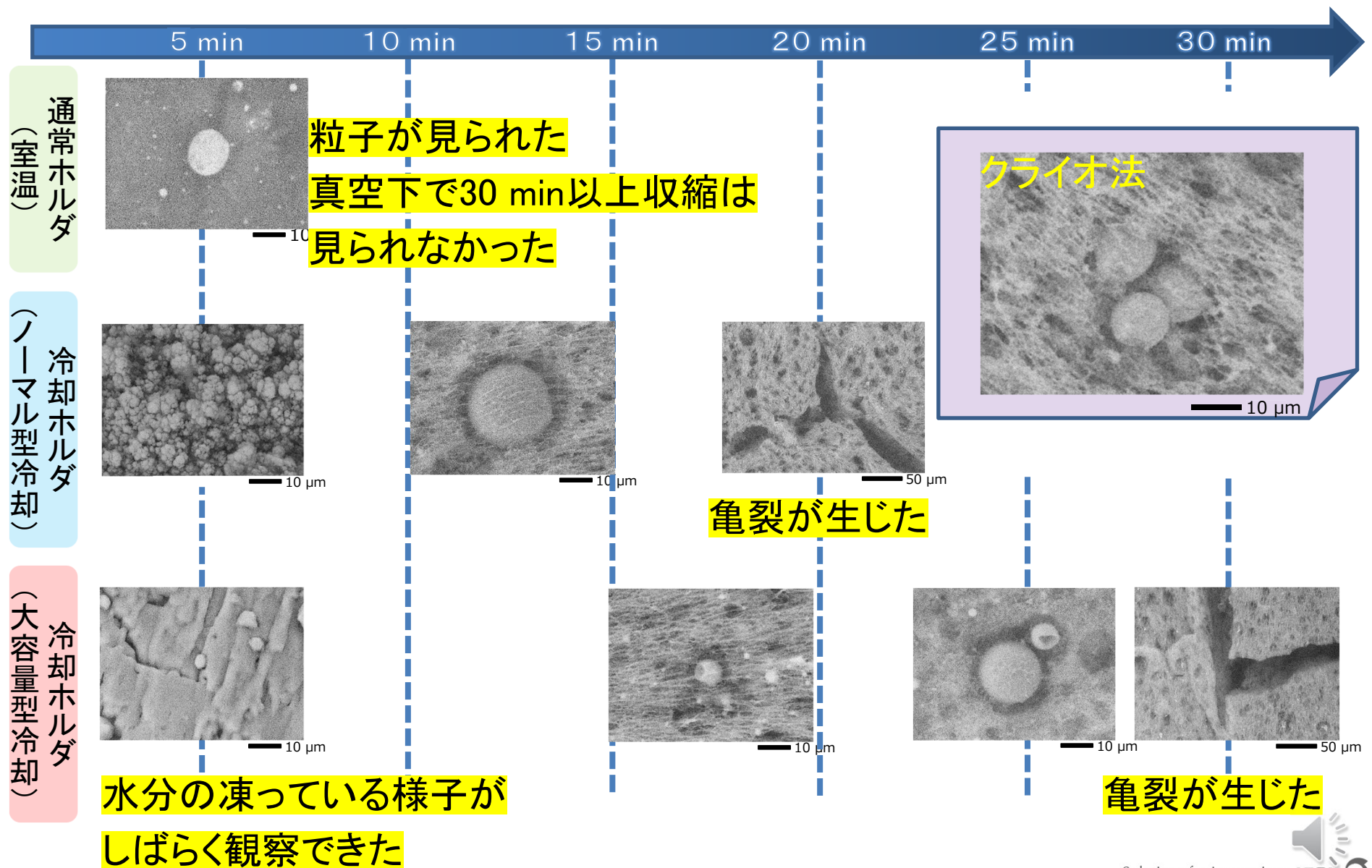
10 μm

ステージを冷却し続けるため、安定した観察が行える

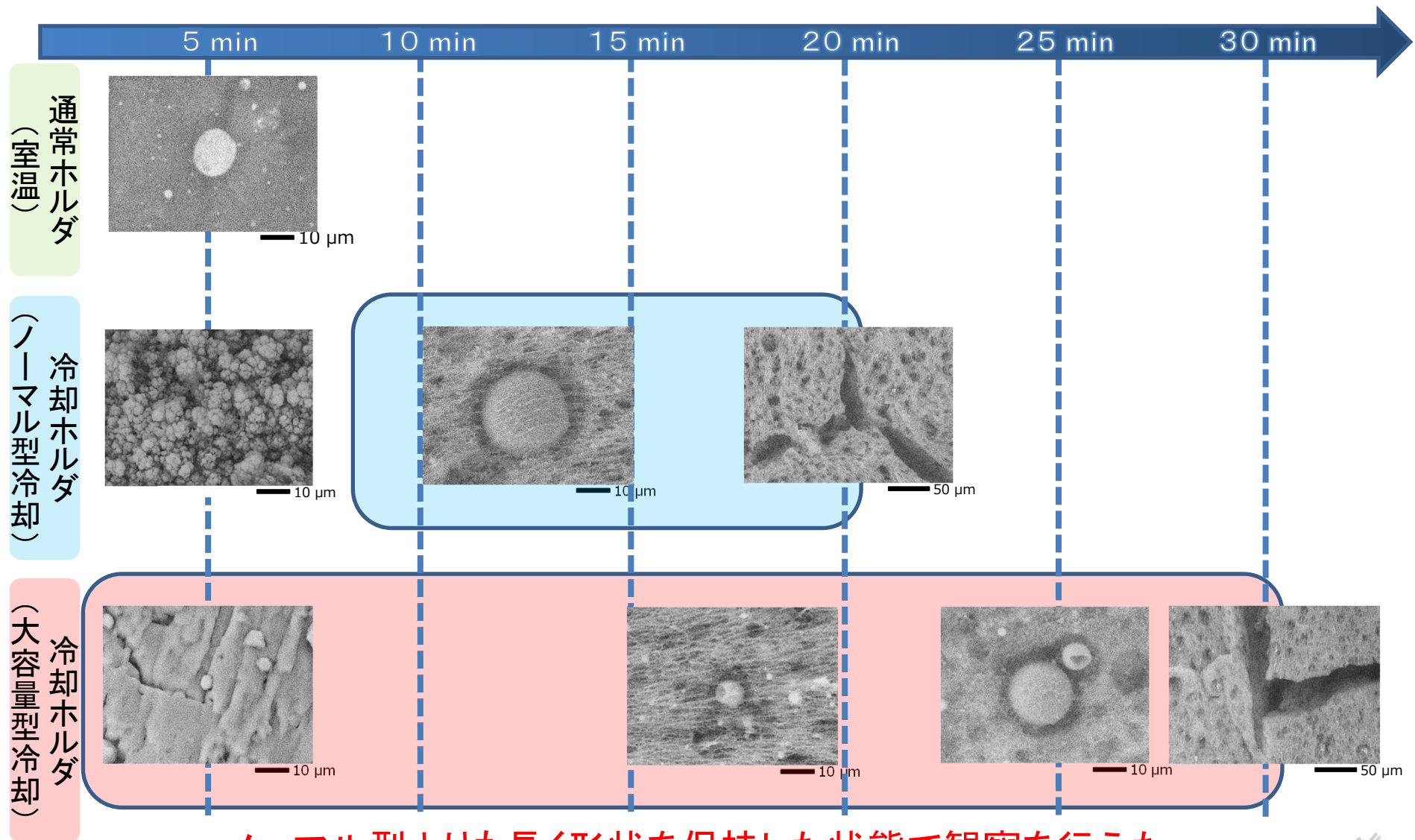
LV冷却ホルダ使用時の試料作製から観察までの流れ ～柔軟剤～



LV冷却ホルダの使用でクライオ法と同様な構造を確認



大容量型LV冷却ホルダのほうが安定した観察が行えた



ノーマル型よりも長く形状を保持した状態で観察が行えた

電子線照射によりダメージを受けやすい試料
～プラスチック消しゴム～



LV冷却ホルダ使用時の試料作製から観察までの流れ ～プラスチック消しゴム～

消しゴムを切り出す

約5 mm角 約1 mm厚み



冷却ホルダに貼り付ける



ノーマル型

液体窒素に浸漬



SEMステージに装着

排気モード:LV



(JCM-7000 :CR Vac.)

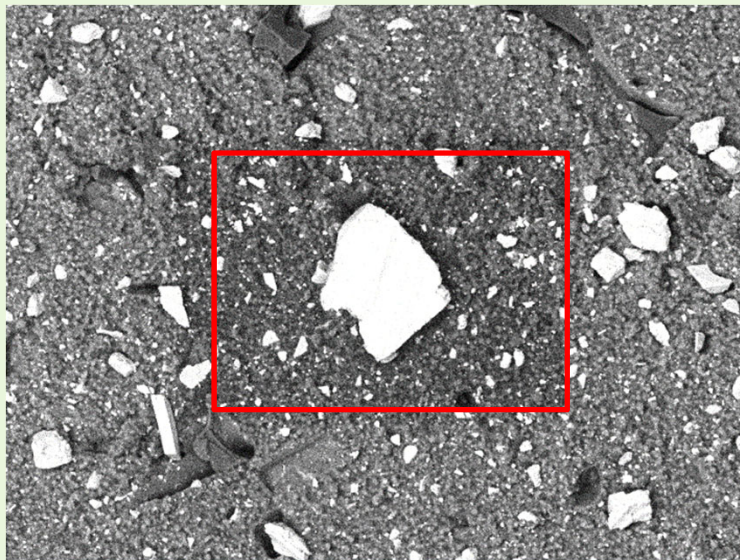
観察・分析



LV冷却ホルダの効果 Map分析時の電子線照射ダメージの軽減

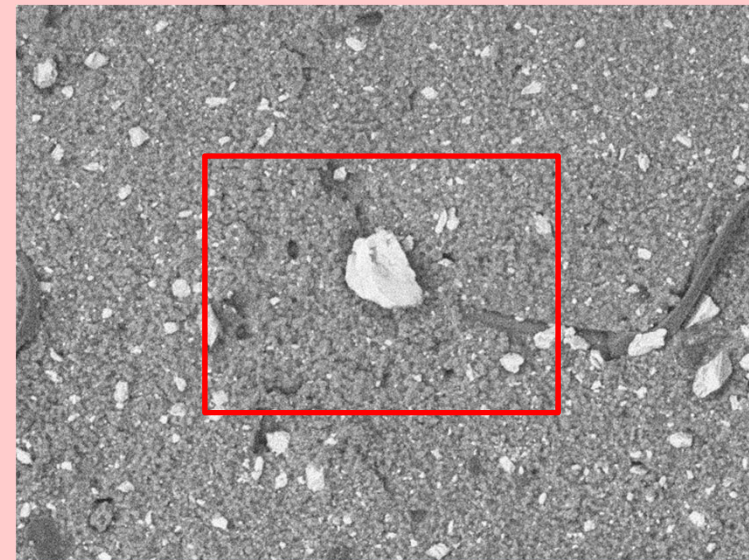
LV、10 kV、BED-S、x500、x1,000

通常ホルダ
(室温)



電子線照射によるダメージが見られた

冷却ホルダ
(冷却)

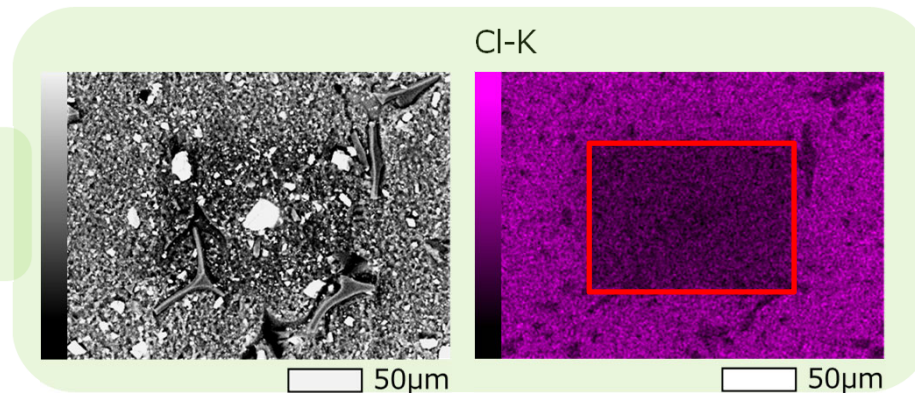


電子線照射によるダメージが
見られなかった

LV冷却ホルダの効果 CIの強度減少の軽減

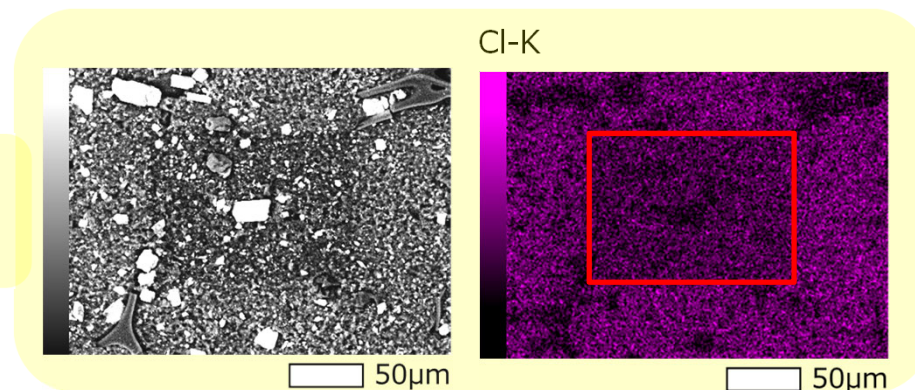
LV、15 kV、BED-S、x500

通常ホルダ
(室温)



Map分析部で
CIの強度が減少した

冷却ホルダ
(冷却)



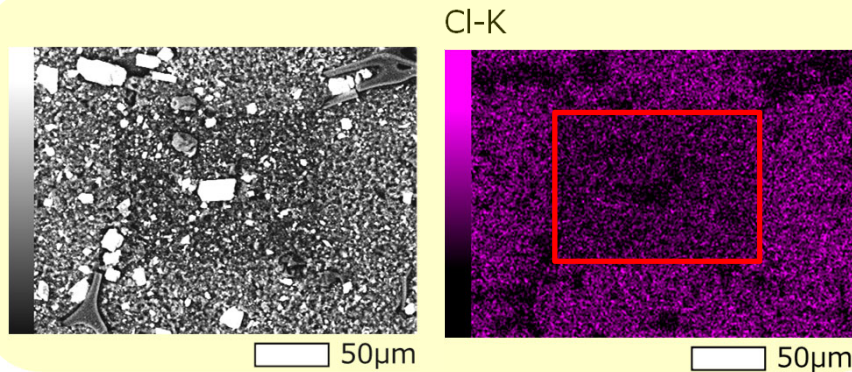
Map分析部で
CIの強度が若干減少した

冷却ホルダ使用により、CIの強度の減少が軽減された

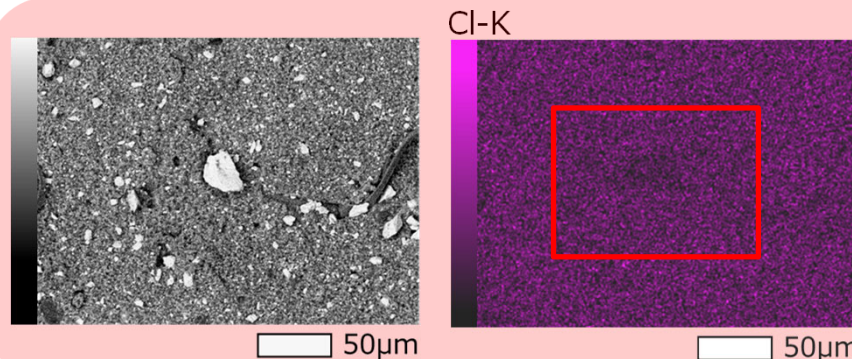
LV冷却ホルダと低加速電圧による効果

LV、BED-S、x500

15kV



10 kV



加速電圧10 kVでは
Map分析部で
Clの強度の減少は
見られなかった

冷却ホルダ＋低加速電圧の組み合わせにより
Clの強度の減少が抑えられた

まとめ



まとめ

- ・LV冷却ホルダを使用すると
水分を含む試料や、融点の低い試料に対して
試料形態の保持時間が長くなった！
収縮やダメージの軽減効果が得られた！
- ・観察や分析時の条件
視野の選択
加速電圧を下げる
の工夫により、一層SEM観察に良い効果が得られた！
クールステージ、クライオユニット等の特別な機構なしで
簡便に試料を冷却して観察できる！

ノーマル型LV冷却ホルダ



大容量型LV冷却ホルダ

