

TRANSEM Holder 取扱説明書

更新箇所：再遠心・ブロックセットなど 部分

株式会社ライフセム

TRANSEM Holder 取扱手順

(1) 使用可能な SEM の機種

TRANSEM は、熱エミッション方式の SEM、フィールドエミッション方式の SEM (FE-SEM) いずれでも観察可能です。ただし、FE-SEM の方が解像は高いのでその点ではよい結果になりますが、TRANSEM の解像力 (10nm~) が SEM の解像レベル (2~0.1nm) よりも低いので、目的によっては差がありません。

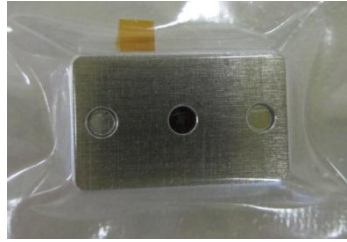
透過電子を観察するための二次電子検出器の位置関係で使えない機種 (インレンズ方式など高級機種) があります。また、二次電子検出器が上方一か所しかない機種 (一部の卓上 SEM など) では観察が困難である場合があります。

標準的な FE-SEM では上方 (U) と側方 (L) の二か所あるので側方 (L) を使います。通常、側方の二次電子検出器は試料からの反射電子を拾いますが、透過した下方からの二次電子も拾うように設計されています。TRANSEM ホルダーは反射電子が上方に漏れないように遮蔽リングが設けられており、反射電子がカットされていますから、側方の二次電子検出器はもっぱら下方からの透過電子だけを拾います。

側方の二次電子検出器は配置関係から下方の透過電子を拾えるか疑問を持たれますが、集電バイアスによる電界曲線に従って二次電子をかなりのカーブで飛翔させて吸引しますので検出できるのです。

- (2) TRANSEM Holder の使用に当たっては、製造年月日をご確認ください。製造後 2 年以内のご使用を推奨いたします。保証期間は販売後 1 年です。
- (3) パウダーレスのグローブを手に装着してください。
- (4) クリーンブース内 (推奨) にクリーンディッシュを用意し、TRANSEM Holder のパッケージを指で切れる指定の側から切り開きます。使わない隣接区画のパッ

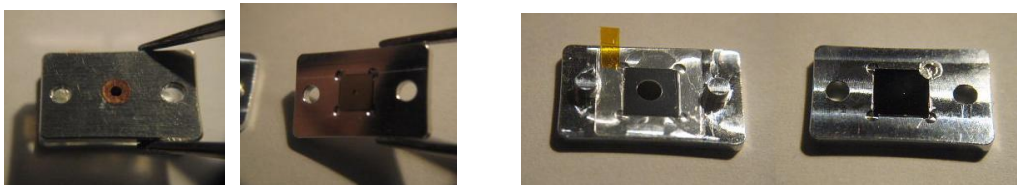
ケージに傷をつけないようにご注意ください。パッケージは真空吸引熱溶着封されていますが、変質防止よりは埃・異物付着防止が主目的です。



- (5) TRANSEM Holder を観察小穴の両側にボス穴がある側を上にしてディッシュ内中央に押し出します。



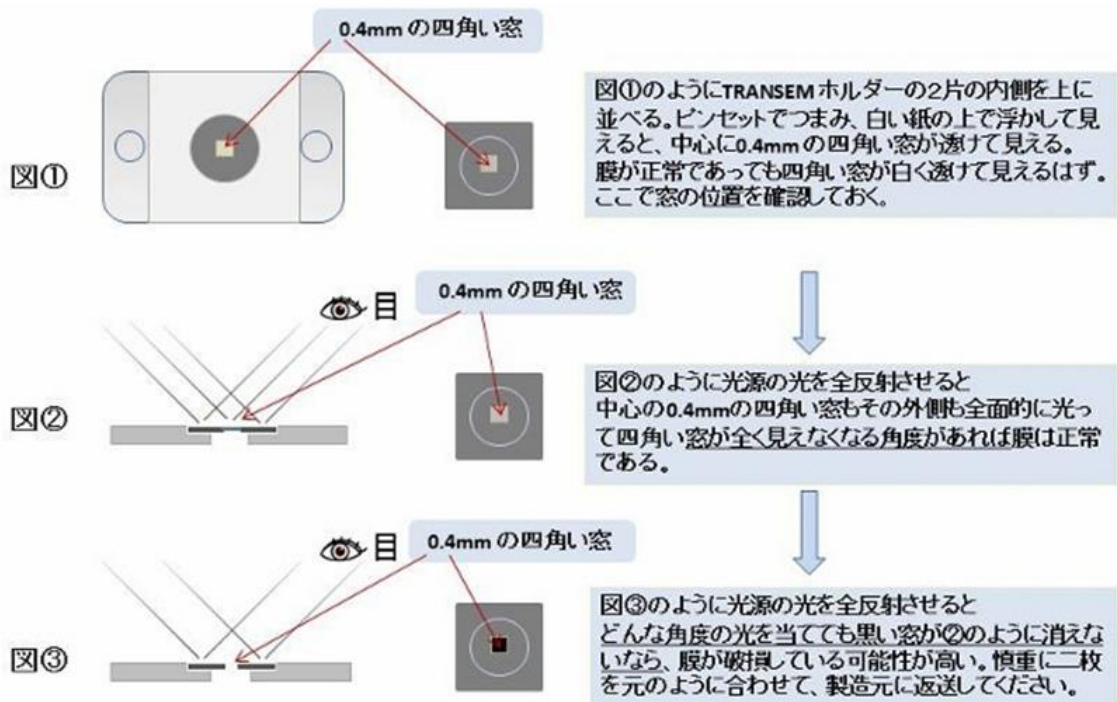
- (6) 両手にそれぞれピンセットを持ち、上側ホルダー（小穴 3 個側）をコーナーの小穴を使ってピンセットで持ち上げます。この時、下側ホルダーの黄色タブをピンセットで押えて動かないようにします。上側ホルダーは裏返して合わせ面を上にして下側ホルダーから 1 cm 以上離して置きます。

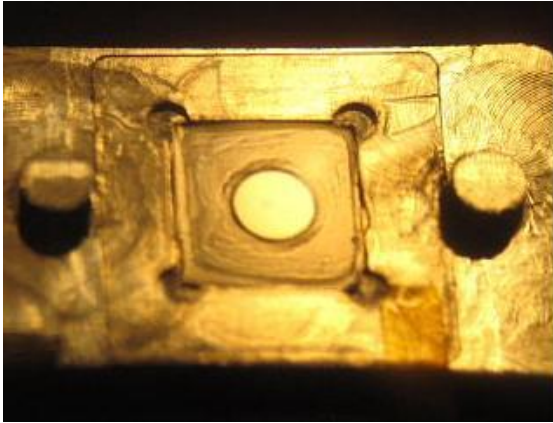


(7) 目視検査（推奨）

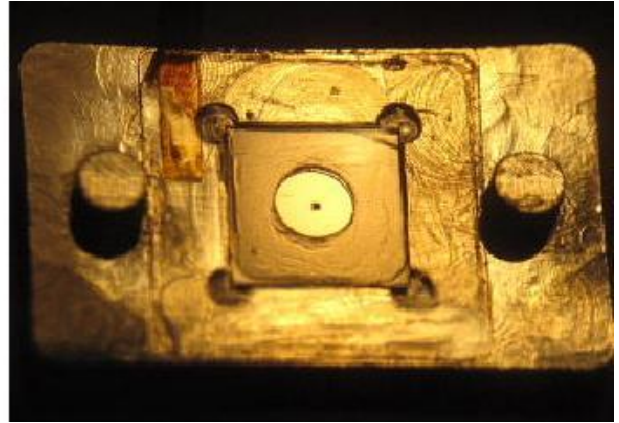
開封直後に目視検査をされることを推奨します。この検査で製品不良が見つかった場合は、送料はお客様にご負担願いますが、当社規定に従い無償で良品と交換させて頂き、当社負担でお送りいたします。開封直後以後の補償、特に試料滴下・洗浄・封入・長期放置などの後では補償は致しかねます。

目視検査説明図



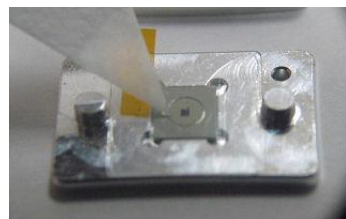
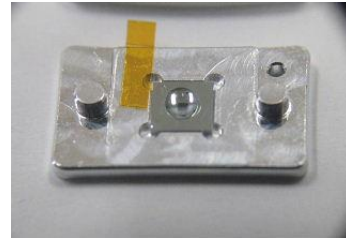
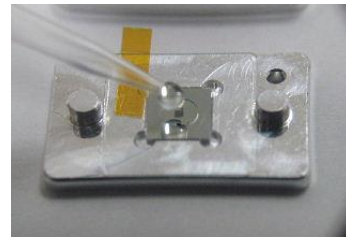
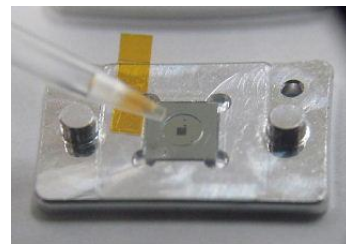


良品 中央全面が全反射する



不良品 中央に全反射しない穴がある

(8) ピペット (10 μ L 用前後) で試料液を 3 μ L 位採り、黄色いタブと突起ボスの付いた方のチップの中央 (窓部) に高さ 2mm 位から滴下します。ピペットの先に出た液玉をチップに接触させる感じです。この時、ピペットの先がチップに絶対に直接接触しないようにしてください。固体で触るとチップの薄膜が破れます。心配なら、ピペットの先端を中央の穴からずらして操作してください。ただし、窓部に試料液が乗るようにしてください。



(9) 濾紙 (セットに含まれる) を鉗で 3mm \times 15 mm 位の三角形に切り、ピンセットで太い方を持ち、尖ったほうをチップ上の液に接触させて余剰の液を吸い取ります。

(10) 吸い取った残りの液厚が重要です。通常の水溶性試料の場合、表面との親和性は良く、半球の様に広がります。吸い取り紙で全部吸い取った時に $5\mu\text{m}$ 位の液厚が残る様な表面物性値の材料で製品が構成されています。

試料によっては親和性が悪く、全部吸い取ると全く残らない場合があります。この時は試料液の組成を変えてみてください。極端な場合はチップ面のプラズマ親水化処理が推奨されます。

厚みは目視ではわかりません。初回の試行には次項の放置乾燥と組み合わせて最適条件を探ってください。

(11) 吸い取った後、1～10分放置乾燥させることで目的物質に $1\sim 2\mu\text{m}$ の液が覆われた試料に調整できます。初回は少なくとも2段階の調整時間のサンプルを試行されることをお勧めします。液が厚すぎると観察像が暗くなったり、目的物質のコントラストが低下します。液は必要最少であることが好条件となります。

(12) 遠心機

粘度の高い試料、吸い取り紙では吸引できない試料では小型遠心分離機の利用が好適です。Holderの短辺が10mm ですから、内径12mmのアンプルが使える機種が適します。推奨は

Flexifuge 5ml 内径12mmアンプル使用

Algos Technologies 社製、

フナコシ株式会社扱い <http://www.funakoshi.co.jp/contents/4416>

4万円位

使用法は滴下したばかりのホルダー一面を適合するアンプルにセットします(右写真)。蒸発性の高い試料ではアンプルの中か壁に溶剤を塗れば蒸気で満たされ乾燥が抑制されますから安定した厚みが得られます。

アンプルをセットする時、滴下したホルダー壁面が垂直になるようセットします。液の切れを良くするためです。また、あとで再遠心する時の為に、角端の小孔が上になるようセットするなど、方向を統一しておきます。その為に、2枚を合わせる時に小孔が貫通するようセットすることをお勧めします(製品パックではそうなっています)。

回転数は上記機種で6000～9000rpm、対角に同重量のバランスを配します(初回の解放状態では1枚相当、封入後再遠心時は2枚相当)。

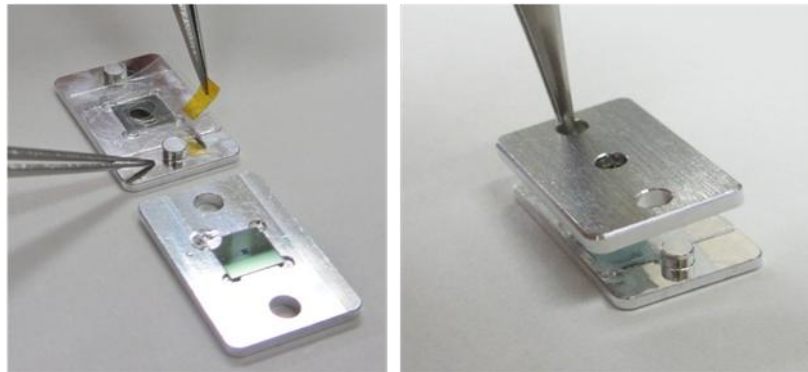
回転時間は、水溶系で6000rpm～10sec、粘度が高い場合には9000rpmで10sec以上(ゲル系では600secでようやく薄くなった例もあります)。

ホルダー封止後に再遠心をかけることができます(後述)。



(13) 試料滴下と厚み調整が終わったら、すばやくカバーをします。

**④両面テープの上のフィルムを剥し、
上下ホルダを密閉**



試料の周囲の額縁状粘着面の保護膜を剥がします。両手にピンセットを持ち、突起部を掴み、黄色のタブをゆっくり引き上げて離型フィルムを剥がして粘着面を露出させます。粘着層は真空用無ガスの特種材料で、通常程度の酸・アルカリ・溶剤に耐えますが、特殊な試料に対しては注意が必要です。

(14) 試料面の上にカバーチップをかぶせます。両手にピンセットを持ち、例えば左手のピンセットで穴部を掴み、右手で反対側の穴部を反対側から掴み、面を反転させてチップ面を試料面のボス（突起）とカバー面の穴とを勘合させます。

ホルダー角端にある小孔はピンセットで掴む時の利便性を考慮していますが、再遠心時の上下を示すマークにもなりますから、この小孔が貫通するように上下を合わせることを推奨します（再遠心で方向を統一する為など）。

(15) 接着面を圧着します。観察窓に指がかからないように両端を両手指で圧着し

ます。2kg 5 秒位が目安です。通常の大人の両手指でぎゅっと挟む、弱い場合は時間を延ばすことで圧着できます。

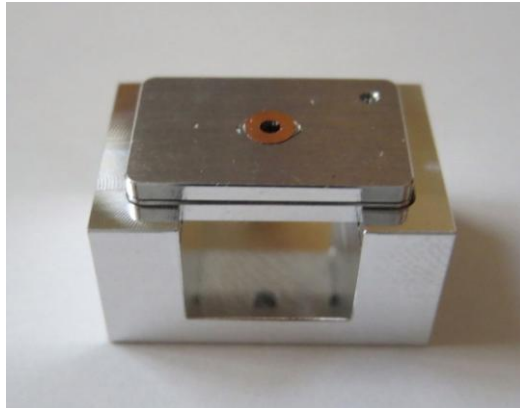
(16) 試料側（ボス穴の無い側）を上にして置きます。



(17) 高さ調整ブロックの二ヶ所にカーボン両面テープを張ります（写真参考）。導通を確実にするためです。カーボンテープは数十回の繰り返し使用ができます。ある程度枯れた方が揺らぎが少なくなります。



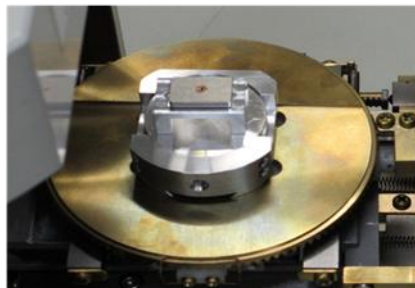
(18) カーボンテープの上に試料滴下面（勘合穴の無い側）を上にした TRANSEM Holder をセットし、軽く圧着します。



- (19) (重要) ブロックを SEM の試料ステージにセットします。ブロックの開放されている方向を、使用する二次電子検出器 (L) の方向に向けてセットしてください (日立ハイテク S-4700 では取り付けセット位置と本体収納位置では 90° 回転しますから、本体収納後のブロックのトンネルが二次電子検出器 (L) の方向を向くようにセットしてください)。

あとは SEM の所定の手順に従って観察してください。

⑥ 走査電顕の試料台にセッティングして観察



(20) 観測条件

ここでは標準的な観測条件を記します。

真空モード： 高真空・低真空 いずれのモードでもご使用できます。

加速電圧： 5～2KV 製品には個々に推奨加速電圧が記されています。

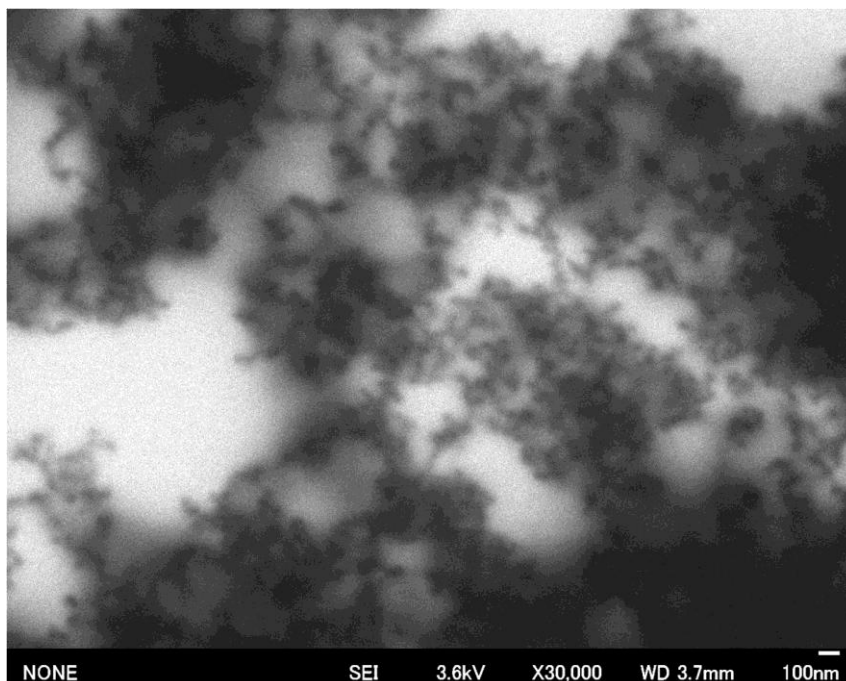
使用二次電子検出器： 反射電子検出器(BSED)ではなく、通常の二次電子(SE)検出器 (標準装備) を使ってください。上下二個装備されている機種にあっては、下方を推奨します。

試料台にバイアス電圧が印加できるタイプでは解像の改善に有効な場合があります (詳しくは弊社にご相談ください)。

(21) 観測結果の例

ナノ粒子分散液 (日焼け止めクリーム) をTRANSEM に封止し、FE-SEM (日本電

子JSM-7000F)にて撮像した画像例と撮像条件例を下記に示します。



[SemImageFile]

InstructName=S-4800

Date=2013/08/28

SignalName=SE(L) (Lが基本形)

AcceleratingVoltage=5000 Volt (推奨 3~10kV)

DecelerationVoltage=0 Volt

Magnification=10000

WorkingDistance=8100 um (推奨 4~8mm)

EmissionCurrent=14800 nA (推奨 10~16mA)

SpecimenBias=0 V

Condencer1=5000

ScanSpeed=CSS

CalibrationScanSpeed=21

Condition=Vacc=5kV Mag=x10.0k WD=8.1mm

(22) 封入ホルダーの再遠心

SE(L)での観測画像が真っ暗な場合、二次電子が透過していない可能性があります。試料の厚みが厚すぎることが考えられます。観察済みの封入ホルダーを再度

遠心分離機にかけて液を薄くして再観察することができます。なお、再遠心には、アンプル内でのホルダーのセットの向きを統一しておく必要があります（液が元にもどらないように、例えば端部小孔が上なら上に統一する）。

液が厚すぎると、透過しない（暗くなる）ばかりか透過した像も散乱でぼやける傾向にあります。一方、薄すぎると乾燥などにより、自然状態（液中）からはずれる可能性があります。そこで、遠心機を使うなら、再遠心を前提として最初の遠心は控えめにして、観測と再遠心を繰り返して、徐々に最適な厚み、最適なシャープネスのバランスを得ることができます。数回の観察結果を分析して、自然状態とシャープ観測とを総合して解析することができます。

(23) 試料が病原菌等を含む場合

必要ならクリーンブースから出す前に封入後の TRANSEM Holder の外面殺菌をしてください。観察窓の薄膜は極薄ですから、接触によって薄膜を破ることは病原菌の拡散につながるのをお勧めできません。また、そのような TRANSEM Holder の移送・輸送・保管・処分には法令・内規に従った安全対策（使用後のグローブ・TRANSEM Holder の焼却処分など）を実施してください。

(24) TRANSEM Holder の再使用

TRANSEM Holder は使い捨てで再使用できません。使用後の TRANSEM Holder を開封しようとするとき、接着面・観察窓の極薄膜は破壊され、洗浄によっても破壊され、試料の混入も起こりますから再使用はできません。

(25) 製品の保証条件

株式会社ライフセムは本商品 TRANSEM が本取扱説明書に記載されている方法において使用される場合に製品の設計性能を保証いたします。

しかし、本製品を使用する試料・試料調製・使用 SEM などが影響する観測性能を保証することはできません。お客様の使用目的・試料対象と本製品が適しているか否か、お客様のご購入・ご使用されるかどうかは、本取扱説明書によりお客様ご自身でご判断ください。誤使用や適合しない目的・対象試料での使用などの理由で本製品が正常の機能しなかった場合に対しては、株式会社ライフセム並びに販売店は責任を持ちません。

(26) 製品の保証条件

株式会社ライフセムは本商品 TRANSEM が本取扱説明書に記載されている方法において使用される場合に製品の設計性能を保証いたします。

しかし、本製品を使用する試料・試料調製・使用 SEM などが影響する観測性能を保証することはできません。お客様の使用目的・試料対象と本製品が適して

いるか否か、お客様のご購入・ご使用されるかどうかは、本取扱説明書によりお客様ご自身でご判断ください。誤使用や適合しない目的・対象試料での使用などの理由で本製品が正常の機能しなかった場合に対しては、株式会社ライフセム並びに販売店は責任を持ちません。

製品の欠陥や使用法の不適切により SEM 本体にダメージを与える可能性は、試料の量が微少なため (10 μ L 以下) 極めて限定的と考えられます。が、絶対ゼロとは言えません。それを認識されてご使用中の事故に対して、事故の程度・責任の割合・情報の共有等関係者の合意に基づく補償については誠意を以って対応いたします。

(27) 製品の権利の範囲

本製品の製造・販売およびその業務上の使用については株式会社ライフセムが産総研から許諾された特許により保護されています。本製品は研究開発目的に限定して販売いたします。その使用权は譲渡不可かつ非独占的であり、その権利の売買、サブライセンスあるいはその他の権利付与の権利は含みません。本製品の商業的利用（サービス提供、販売を目的とする複製・改変あるいは再販等）の権利を持つものでもありません。商業的利用について株式会社ライフセムは別途ご相談に応じます。

(28) TRANSEM は株式会社ライフセムの登録商標です。

TRANSEM Holder 取扱説明書 以上