

Q150V Plus を使用した EM サンプル調製用の高品質カーボンフィルムの製造

TEM グリッド、EDS 分析、およびレプリカ

Dr Anna E Walkiewicz

カーボン薄膜用途において、カーボンフィルム製造の品質は、複雑な実験を成功させるための鍵となる。

一般に、カーボンコーティングは、TEM (室温およびクライオ) イメージング、EDS 分析、およびレプリカ法のためのサンプル調製に使用される。

カーボンフィルムを使用する利点は、カーボンが電子ビームに対して透過性がある点である。カーボン薄膜は導電性があり、製造が容易で、汚染がなく、滑らかで、強度があり、ほとんどの場合、標本構造要素をイメージングするときにコントラストを減衰させないように十分に薄く作成できる。

例えば、最も要求の厳しい高品質炭素フィルム用途である TEM イメージングにおいては、材料の厚さおよび密度が画像の解像度およびコントラストに影響を及ぼすため、支持膜はできるだけ薄くなければならない。

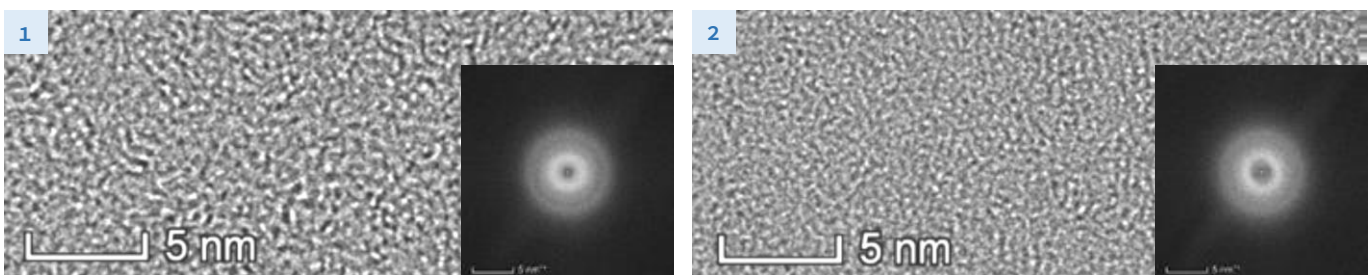
一方で、層は複雑なサンプル調製プロセスに耐えるために緻密で丈夫でなければならない。カーボンを使用することのもう一つの利点は、その表面特性がグロー放電、UV 照射、化学処理といったプロセスで変更されることである。これは、炭素に対する分子の異なる親和性によって引き起こされる問題に対する優れた解決策を提供する。

カーボン薄膜の要求特性

- 汚染と最小限の炭化水素なしでできるだけ非晶質であること
- 丈夫で、剥離またはレプリカ作成プロセスを中断しないようにすること
- マイカシートから簡単に浮かせて TEM グリッドに配置できる薄膜を作成すること
- クライオ TEM サンプルの支持体として使用した場合の凍結に耐えること

カーボンフィルムの品質

製造される炭素膜の品質に影響を与える典型的な要因は、カーボン堆積中の基本真空度および炭素源の純度である。優れたカーボン膜品質を達成するために、超高純度炭素源の使用と同様に、 1×10^{-6} mbar 以上の基本真空が必要である。



1 4×10^{-5} mbar のベース圧力で 50nm の SiN 膜上に堆積された 10nm カーボン層の HR TEM 画像および対応する FFT

2 8×10^{-7} mba のベース圧力で 50nm の SiN 膜上に堆積された 10nm カーボン層の HR TEM 画像および対応する FFT

膜厚モニター付きカーボンロッド蒸着ヘッド (Bradley 法) を使用した Q150V E Plus コーターは、さまざまな EM アプリケーションに必要な品質を示すカーボンフィルムの製造に使用されている。高純度カーボンロッドの使用は、設定された厚さの正確な堆積を可能にし、通常は形成された層の純度に影響する、アウトガス源の問題を克服する。

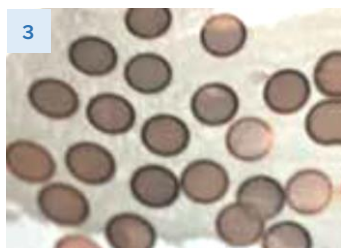
堆積ベース圧力の影響を図1および図2に示す。

カーボンフィルムの機械的安定性に関する最も簡単で直接的なテストは、マイカ表面から層を浮かせて TEM グリッド上に置くことである。この方法は、TEM イメージングにおけるサンプル調製のステップの 1 つとして使用される。

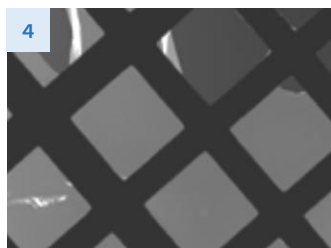
カーボン層の品質は、最終的なプロセス結果に直接影響する。

カーボンフィルムの安定性に対するベース圧力の影響

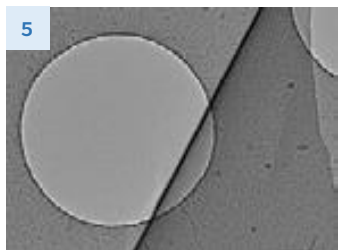
機械的および電子的安定性に対する低真空ベース圧力の影響



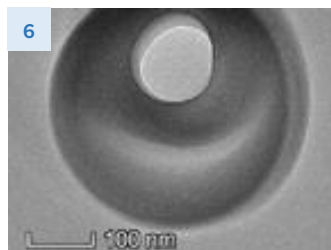
3
 4×10^{-5} mbar のベース圧力で製造された5nmのカーボン層をマイカから剥離しTEMグリッド上に乗せた。カーボン層には亀裂および欠陥が見られる



4
 4×10^{-5} mbar のベース圧力で製造された5nmのカーボン層をマイカから剥離し200メッシュのTEMグリッド上に乗せた。亀裂およびしわが見られカーボンはグリッド全体を覆っていない



5
マイカから剥離しTEM200メッシュグリッド上に乗せた 4×10^{-5} mbar のベース圧力で製造された5nmのカーボンフィルムのHR TEM画像。カーボン層内での破断および不十分な機械的安定性に起因する層の重なりが見られる

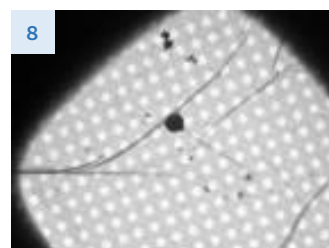


6
マイカから剥離しTEM200メッシュグリッド上に乗せた 4×10^{-5} mbar のベース圧力で製造された5nmカーボンフィルムのHR TEM画像。炭化水素の量がビーム下の層安定性に影響を与え、目に見える焼損(burn out)を示している

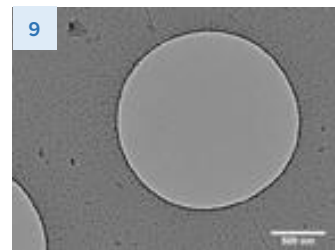
機械的および電子的安定性に対する高真空ベース圧力の影響



7
ベース圧力 8×10^{-7} mbar で製造された5nmカーボン層はマイカから剥離されTEMグリッド上にある。一丈で緻密な層



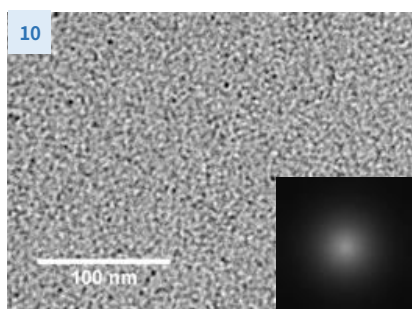
8
ベース圧力 8×10^{-7} mbar で製造された5nmカーボン層をマイカから剥離しholeカーボン付きの200メッシュTEMグリッド上に乗せた。一丈で緻密な層がグリッド全体を覆っている



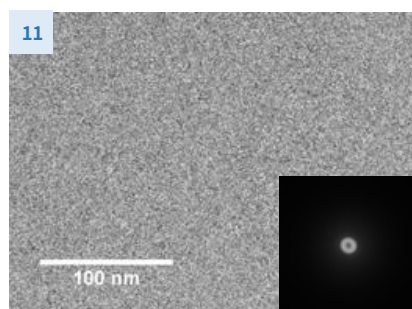
9
ベース圧 8×10^{-7} mbar で製造した5nm C フィルムのHR TEM画像。マイカから剥離しTEM200メッシュグリッド上に乗せた。一丈で均一な層

1×10^{-6} mbar 以上の基本真空度では、純粋で緻密で一丈なフィルムを製造することができる。これはマイカから容易に剥離させ、TEMグリッド上に設置することができ、優れた被覆を実現する。炭化水素が少なく高純度な膜は、良好な電子安定性を確実にし、EDS分析において余計な信号が検出されることがないようにする。

高真空ベース圧力が熱および電子安定性に及ぼす影響



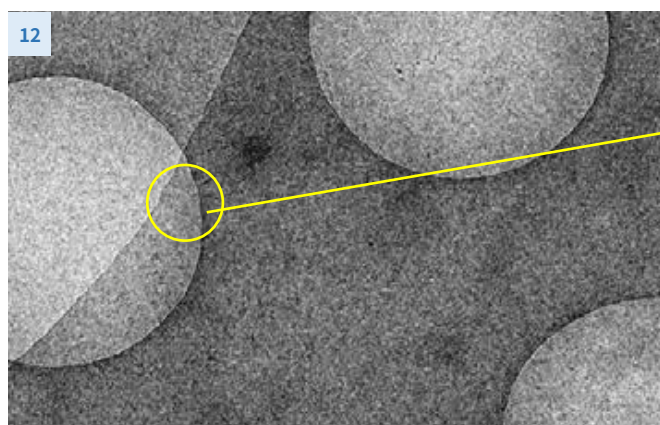
10
カーボンで覆われていない 200 メッシュ TEM グリッドの HRTEM 画像



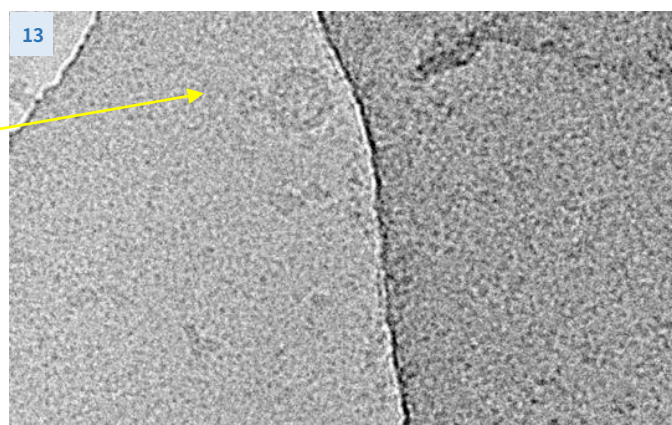
11
マイカから剥離し 200 メッシュ TEM グリッド上に設置したベース圧力 8×10^{-7} mbar で製造した 5nm のカーボンフィルムの HRTEM 画像および対応する FFT、膜の品質を示している

結論:

常温およびクライオ TEM 用のカーボン薄膜の品質は、サンプル調製に大きく影響する。Q150VE Plusコーターを使用して作られた緻密で丈夫で高純度の膜は、サンプル準備をはるかに容易にし、カーボン膜の TEM グリッドへの移動、後処理、サンプル塗布、そして最後にイメージング中のプロセスについて確実性と信頼性を与える。



12
holey カーボンおよび 5nm の追加のカーボン層 (8×10^{-7} mbar を使用して製造されマイカから剥離した) を有する 200 メッシュ TEM グリッド上に置かれた DNA 複製複合体のクライオ HRTEM 画像; 傷のない剥離カーボン膜の画像



13
DNA 複製複合体のクライオ HR-TEM 画像の拡大、mag \times 92k

TEM 画像はイギリス、ロンドン、フランス・クリック研究所、Macromolecular Machines Laboratory, Julia Locke 博士のご好意によるものです。

国内総代理店

ADS 株式会社 **アド・サイエンス**

〒273-0005 千葉県船橋市本町 2-2-7 船橋本町プラザビル
TEL: 047-434-2090 FAX: 047-434-2097 <http://www.ads-img.co.jp/>

製造元

Quorum

+44 (0)1323 810981

sales@quorumtech.com

quorumtech.com

これらの製品は研究用途に限られます。正確性を保証するために努力を払っていますが、誤記や脱落については責任を負うことはありません。データは変更されることがあるので、最新版の規定、規格、指針を入手することを強く推奨します。この文書は契約の基礎をなすものではありません。Quorum は、継続的に製品を改良しており、仕様は予告なしに変更する権利を有します。© 2018 Quorum Technologies Limited. 著作権所有。Technologies Limited. All rights reserved.