

# カーボンコーターによる支持膜補強の有用性の検討

三重大学医学部医学系研究科

小川 覚

s-ogawa@doc.medic.mie-u.ac.jp

## 1. はじめに

透過電子顕微鏡観察に用いるメッシュにプラスチック系支持膜を張る際に、その補強としてカーボン蒸着を行う場合があるが、その蒸着装置には油拡散真空ポンプ（DP：Diffusion Pump）を用いた高真空タイプと、油回転真空ポンプ（RP：Rotary Pump）のみで排気する簡易タイプがある。高真空タイプでは、カーボンの他に金属蒸着（金、白金など）も可能であり、真空蒸着装置と呼ばれている。それに対して簡易タイプはカーボン蒸着のみ可能なため、一般的にはカーボンコーターと呼ばれている。

これまでは倍率が数万～十数万倍以上での観察にも耐えうるよう、コーティングの粒状性が良い高真空タイプを用いてきた。これとは別に、数年前から低真空ではあるが簡便に操作できるカーボンコーターが設置されている。そこで高真空タイプに比べて、粒状性が少し劣るとされる部類に入る当装置で、支持膜へのカーボン補強の有用性について検討を行ったので報告する。

## 2. 現状としてのカーボン蒸着

これまで行ってきた DP タイプを用いたカーボン蒸着膜の粒状性は、電流値を慎重に調整しながらコーティングが行えれば、数十万倍でも十分に使用できるものが得られるが、一番難しいのはコーティング時の電流値が一定ではなく、カーボン棒を削り出す太さによって毎回違い、また先端から円錐状に太くなるため、コーティング中でも微妙に電流値を増やす必要がある。しかしまた電流値が大きすぎると、火花とともに大きな粒子が飛ぶことになり、数千倍でも粒が確認できる様であれば、その支持膜は使用できないことになる。その点で RP タイプは操作系が簡単で、初心者でもほぼ同じ結果になるため、当装置で実験を行ってみた。

## 3. 各蒸着装置の概要

### 1) 真空蒸着装置・DP タイプ（日立 HUS-5GB）（図 1）

- ・コーティング時の真空度は、 $1 \times 10^{-5}$ Torr（約  $1.3 \times 10^{-3}$ Pa）以下。
- ・蒸着源からの距離は、現状で約 17cm（無段階で変更可能）。
- ・蒸着源のカーボン棒（ $\phi 5$ mm）を円錐形、または更に細く削る。
- ・排気系バルブ開閉は全て手動で行うため、順番を間違えないよう注意する。
- ・蒸着時にカーボンに流す電流値は、削った形状により毎回微妙に違い、この電流調整も手動で行うため経験が必要。（細く削った場合は 20～30A、少し太めでは 30～40A）
- ・コーティング時間は、数分～十数分。（ただし、微妙な電流調整を手動で行いながらの操作になるので、実時間はもっと短く数十秒ほどと推測する。）

### 2) カーボンコーター・RP タイプ（メイワフォーシス CADE（CC-40F））（図 2）

- ・コーティング時の真空度は、約 6Pa～1Pa。
- ・蒸着源からの距離は、試料ステージ上で最大 7.5cm、チャンバー床面に置いた場合約 17cm。
- ・蒸着源はカーボンファイバー（ $\phi 3$ mm のひも状）であるため、必要分だけハサミで切って使用。
- ・排気、プレヒートおよびコーティングの 3つのスイッチだけで操作。
- ・コーティング時の電流値は 40A 固定、コーティング時間は 1.75 秒固定。



図 1. DP タイプ



図 2. RP タイプ

#### 4. 実験方法

当カーボンコーターは、基本的には蒸着源からの距離と真空度のみが変えられるため、まず通常行っている方法と同条件から始めて、以下の5条件で行った。

支持膜貼付けメッシュは自作し、フォルムバール薄膜（厚さ約10~30nm）をサイズ300のメッシュに貼り付けたものを使用した。また粒状性の確認には、透過型電子顕微鏡を用いて、加速電圧100kVにて観察・撮影を行った。

- ・条件①：標準位置（試料ステージ上）での距離7.5cm、真空度6Pa。
- ・条件②：距離は7.5cmのまま、真空度1Pa。
- ・条件③：距離を13.5cm（試料ステージを外し、チャンバー床面に置く状態）に伸ばし、真空度1Pa。
- ・条件④：距離、真空度は条件③と同じにし、輻射熱とカーボン量を更に減らす目的で、ステンレスの網を蒸着源直下にセット。
- ・条件⑤：距離を7.5cmに戻して、真空度は1Pa（条件②と同じ）で、ステンレス網をセット。

#### 5. 実験結果

この5条件で実験を行った結果が、図3、図5、図6である。

条件①では、カーボン膜の粒状性は良いとは言えない。島状に粒子の凝集が生じている様子。また輻射熱の影響と考えられるが、メッシュ上のフォルムバール支持膜面積の大半が破れてしまった。

条件②では、①に比べて支持膜の破れは少なくなっている。粒状性も大幅に良くなっている。ただし、カーボン蒸着の色の濃さからも、コーティング膜厚が厚いことがわかる。

条件③では、更に支持膜の破れは減少している。濃さ（厚さ）も薄くなり、粒状性も良い。

条件④では、支持膜の破れはほとんど見られず、濃さ（厚さ）も更に薄くできた。DPタイプ（図4）でカーボン蒸着したものに類似している。

条件⑤では、距離が近づいた為か、蒸着膜が少し濃く（厚く）なり、支持膜の破れも確認できた。



図3. 各条件でのコーティングの状態（左から条件①、②、③、④、⑤、右端は無蒸着）



図4. DP型で蒸着

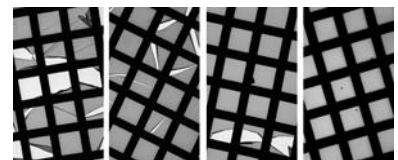


図5. 支持膜の破れ方（左から条件①、②、③、④）倍率：x30

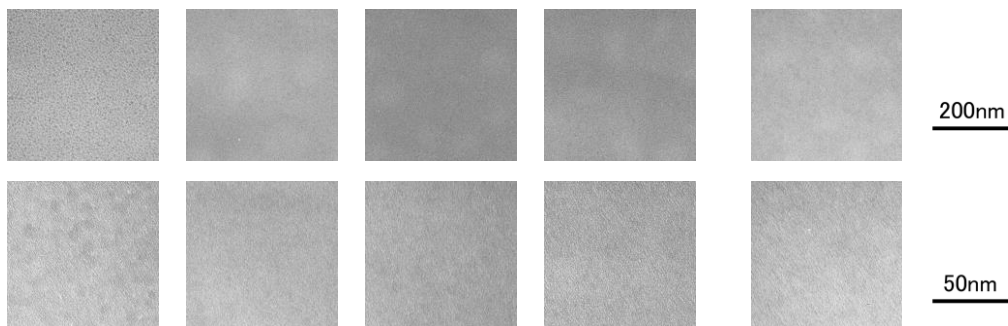


図6. 高倍率観察での比較

（左から条件①、②、③、④、右端はDP型で蒸着。倍率：上段x50,000、下段x200,000）

最初に行った条件①の実験の際に、フォルムバール支持膜がこれほどひどく破れる（図5）ことを想定していなかったため、まずその破れを無くすることが必要条件と考えたが、破れ（熱による損傷）に関しても真空度を上げることと、距離を離すことで改善されることが、当実験からも確認できた。

## 6. 結論

今回の実験結果より真空度を 1Pa 程度まで上げるだけでも、格段に粒状性は良くなるのが改めて実証できたが、更に条件④の方法により、これまで行ってきた DP タイプのものに近い、膜厚の薄いカーボンコーティングが出来ると考えられる。しかしステンレス網の蒸着源直下への取り付けについては、カーボンコーターの機能ではなく、装置にはカーボンファイバーのプレヒート時に誤って蒸着されてしまうのを防ぐ可動式のシャッターが取り付けられているので、そのネジを利用して網を独自に取り付けているため、通常使用時には取り外すという手間がかかる。また今回行った真空度 1Pa 程度まで良くするために 2 時間ほど真空引きを行っており、装置の操作は簡単にできるが、時間は待つ他にない。

## 7. まとめ

実際には、このように作製したカーボン蒸着補強済みフォルムバール支持膜貼付けメッシュは、次にカーボン蒸着膜面の親水化処理をイオンエッチング装置にて行ったものを使用することになる。対象試料としては、ウイルス、細菌、高分子微粒子など 10~100nm サイズの粒状の試料を、支持膜貼付けメッシュに載せて染色する、ネガティブ染色法という手法で観察するのだが、現時点で試料を用いた確認はしていない。また今回はステンレス網を独自に取り付けてみたが、装置オプションで現在の装置のガラスベルジャーより 5cm ほど長いものも販売されていることがわかったので、購入できればそれを使うことにより距離が少し稼げることになり、ステンレス網を用いなくとも、熱損傷とコーティング膜厚の問題も改善されるのではないかと思われる。今後、今回確認できなかった内容を含めて更に実験を重ね、当装置を使用した誰でもできるカーボン蒸着支持膜作製を確立出来ればと考えている。

## 参考文献

- 1) 電顕入門ガイドブック (社) 日本顕微鏡学会編
- 2) よくわかる電子顕微鏡技術 医学・生物学電子顕微鏡技術研究会編