

電子顕微鏡試料用

# 真空電子染色装置

- ◆4チャンバータイプ (VSC4TWDH)
- ◆1チャンバータイプ (VSC1R1H)
- ◆オプション・消耗品



フィルジェン株式会社

## 真空電子染色装置

## SEM・TEM試料の電子染色を 安全に再現良く実現

## 真空電子染色装置とは

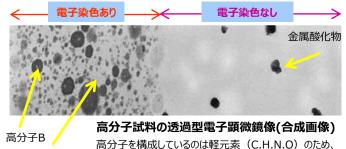
従来の電子染色法(従来法)は、大気中で行うため、ドラフト内で行う必要があり、安全面が危惧されていました。また、染色を終了したつもりでも、試料内部にたまった染色剤がなかなか抜け切れず過染色が起こり、脱落あるいはひび割れてしまうことがあります。 本装置で開発した真空電子染色法(真空染色法)は、真空チャンバー内に試料を設置し、四酸化オスミウムガスや四酸化ルテニウムガスを真空チャンバー内に導入することにより染色を行う全く新しい染色法です。

### ■電子染色とは

高分子を構成している特定の部位( $CH_2$ - $CH_2$ 結合、CH=CH結合など)に対し、重金属(四酸化オスミウ $\Delta OsO_4$ 、四酸化ルテニウ $\Delta RuO_4$ など)を結合させること。

## ■なぜ電子染色が必要か?

高分子を電子顕微鏡で観察するためのコントラスト (電子線の透過度合い) をつけるために必要である。



高分子A

高分子を構成しているのは軽元素 (C.H.N.O) のため、 高分子の種類が変わっても電子線の透過量に大差がない。

## 特長

#### 安全性が高い



染色剤に毒性があり、昇華性が高い為、 ドラフトチャンバー内での作業



真空密閉内にて染色。装置による自動化、 インターロックによる操作 ミスの軽減

#### 吸湿性のサンプルに有効

 $OsO_4$ 、 $RuO_4$ とも水溶液を使用せず、真空中のドライ状態で 染色を行うので、水分により変質する様なサンプルにも有効です。

#### 染色時間が短く、深い染色が可能

表面コンタミの軽減 特に切片染色に有効

最適条件が見つけやすい(型式VSC4TWDHのみ) 4チャンバーそれぞれに異なる染色条件を設定可能(VSC4TWDH

#### 再現性が良い



染色ガスの導入量が制御できない。染色を 終了させたにも関わらず、更に染色が進行



染色ガスの導入量を制御可能。染色終了後、再排気を行うことで過染色を防止。

#### 大気非暴露での染色が可能

(オプションのミドルチャンバー、ミニチャンバー使用時)



大気非暴露ミドルチャンバー



真空電子染色装置への 大気非暴露チャンバー取り付け例

## アプリケーション

#### TEM用 / SEM用サンプル

#### 高分子サンプルなどの電子染色

・TEM/SEM観察時の高コントラスト化。

#### 高分子サンプルなどの固定

- ・試料を硬くすることで、ウルトラミクロトームでの薄切が容易。
- ・粘着剤試料の粘着性を無くす
- ・TEM/SEM試料室でのサンプルからの発生ガスを軽減する。

## SEM用サンプル

#### 脆化

・高分子サンプルなどを脆くし、割断して断面を観察しやすくする。

## チャージアップの防止

・染色により選択的に反応し、観察したい部分が強調される。

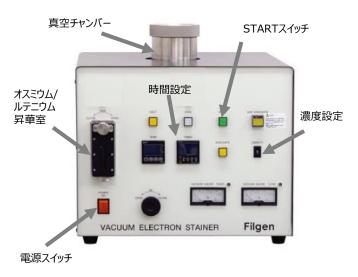
導電性コーティング、試料ダメージの軽減

## ラインナップと各部名称

#### ■ 4 チャンバータイプ(VSC4TWDH)



### ■1チャンバータイプ(VSC1R1H)



## ■ワイドタッチパネルによる精細な画面と優れた操作性(対応機種:VSC4TWDH)

タッチパネル画面のメッセージに従って操作すれば、どなたでも簡単に操作できます。



装置の写真を掲載できる程の精細な画 面です。赤枠に操作手順が表示されます。



真空チャンバーの使用・未使用を選択できる為、染色剤が節約できます。



スライドタブのタップによるサブ画面の表示

スライドタブによりサブ画面を表示できます。 それにより現在の真空度や染色条件等が ほとんどの画面で確認できます。

## 真空電子染色装置

## 操作性

時間、濃度を設定し、スタートスイッチを押すだけの簡単操作です。

条件設定

自動操作

真空チャンバーに試料をセットする

濃度(染色ガス導入量) と時間を設定する

STARTスイッチを押す

昇華したOsO4またはRuO4ガスが真空チャンバー内に導入される

染色終了後自動的に真空チャンバーの染色ガスが排気される

タッチパネル画面のメッセージ [日本語] に従って 操作すれば、どなたでも簡単に操作できます。



## 安全対策

- ・ガス導入後のチャンバー インターロック
- 一旦染色ガスが真空チャンバー内に導入された後、規定の真 空度に到達しない限り、真空チャンバー内のリークができません。
- ・ガス導入スイッチ インターロック真空チャンバー開放時、ガス導入スイッチが押せません。
- OsO<sub>4</sub>/RuO<sub>4</sub>フィルターによる染色ガスの除去 <排気系の安全対策>

第三者機関での環境試験により、フィルター通過後の染色ガスは安全レベルまで除去されていることが実証されています。

#### ・昇華室の構造 〈昇華室での安全対策〉

染色剤が残っていても安全に着脱可能、 残量の目視が可能 冷凍保存が可能

#### ・染色剤交換サービス

昇華室をお送り頂ければ染色剤を交換し、返送するサービスです。ご自身での染色剤交換が不用です。

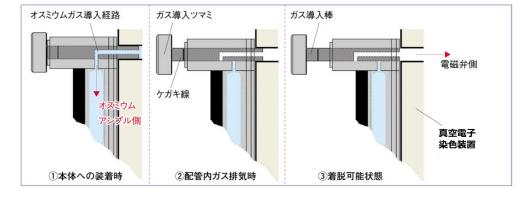
#### ・停電時の対策

停電時にも染色剤が外部に暴露されることはありません。

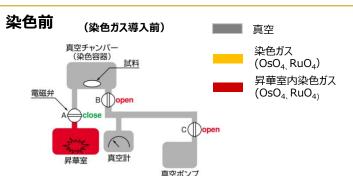
## オスミウム昇華室の構造

#### 全機種に共通の高気密オスミウム昇華室。密閉状態のまま真空電子染色装置から安全に取り外すことが可能。

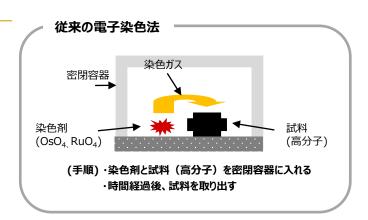
- ①本体への装着時
- ・・・ 染色ガスが電磁弁の手前まで充満しています。(取り外し不可)
- ②配管内ガス排気時
- ・・・ ガス導入ツマミをケガキ線まで回し、電磁弁を開くことで染色ガス導入経路の染色ガスを排気することができます。 (取り外し不可)
- ③着脱可能状態
- ・・・・ ガス導入ツマミを完全に回り切ることで、オスミウム昇華室は、昇華室内が密閉の状態で安全に真空電子染色装置から取り外すことができます。

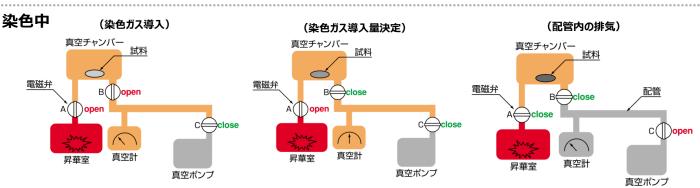






真空チャンバー内を真空状態(負圧)にします。



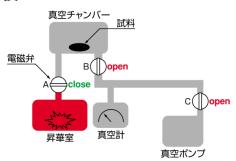


電磁弁Aが開き、電磁弁Cが閉じることで、真空チャンバー内に染色ガスが導入され、徐々に染色ガス濃度が高くなります。

電磁弁Bが閉じることにより、真空密着し、染色ガス導入量が決定されます

配管内の染色ガスが十分排気されます。

#### 染色後 (染色時間の終了)



タイマー設定時間に到達すると、瞬時にサンプル表面及び内部から染色ガスが除去されます

#### 真空電子染色装置を用いた 染色例

耐圧ホース(ポリ塩化ビニール)に 真空電子染色(RuO<sub>4</sub>)した例



染色時間:60分 濃度:5



無染色



ガラスに真空電子染色(RuO4)した例

染色時間:10分×24回 濃度:5

## ■従来の電子染色との比較

		真空電子染色法	従来の電子染色法
染色前	1. 染色ガス導入前	容器内は真空状態(試料内部も <mark>真空</mark> )	容器内は大気状態(試料内部も大気)
染色中	2. 染色ガス導入	圧力差により容器内が染色ガスに <mark>瞬時</mark> に入れ替わり、 サンプル内部に <mark>瞬時</mark> に染色ガスが <mark>浸透</mark> する。	サンプル内部と染色ガスの圧力差が無いため、中々浸透しない。 温度、湿度により容器内に濃度差が生じやすい。
	3. 染色ガス導入量 (濃度)決定	染色ガスの濃度を10段階(あるいは13段階)で濃度設定可能。数分から時間を設定可能。	染色ガスの量の制御が難しい。
	4. 配管内の排気	容器の <mark>直下の配管</mark> まで真空引き。 容器内の濃度を <mark>保持</mark> 。	
染色後	5. 染色時間に到達	設定時間終了後サンプル内部の染色 ガスが <mark>瞬時</mark> に取り除かれる。	試料内部に溜まった染色ガスがいつまでも残っている。

## 真空電子染色装置

## 仕様:本体

#### 本体

製品タイプ	4 チャンバータイプ	1チャンバータイプ	
型式	VSC4TWDH	VSC1R1H	
操作/表示部	7型ワイド液晶タッチパネル (WVGA; 800×480/約1,677万色/128MB)	_	
チャンバー数	4(上部ガラス製)	1 (上部ガラス製)	
チャンバー内寸法 86(Φ)×50(H)mm		)×50(H)mm	
昇華室ポート	1		
四酸化オスミウム(OsO₄)の昇華ガス 或いは、四酸化ルテニウム(RuO₄)の気化ガス (四酸化ルテニウムの使用には、オプションのルテニウム昇華室が必要です。)			
オスミウム昇華室	残量確認窓付密閉脱着構造(脱着後冷凍保存可)		
ガス導入系	$OsO_4$ アンプルを昇華室で割断或いは、 $RuO_4$ 瓶を昇華室(オプション)に導入し、昇華・気化ガスを電磁弁制御により導入		
ガス導入量	13段階の濃度設定可能 ※但しオスミウム染色は10段階まで	10段階の濃度設定可能	
4つのチャンバー個別の 染色濃度変更	可能 ※ただし、時間は一定	_	
4つのチャンバー個別の 染色時間変更	可能 ※ただし、濃度は一定	_	
試料加温機構 (OsO <sub>4</sub> の場合のみ)	室温~70℃(チャンバー個別に設定可能)	室温~70℃	
染色時間	0時間1分~17時間0分 1分ごとに設定可能	0.1~999.9分(約16.6時間) 0.1分(6秒)ごとに設定可能	
排気系	<b>排気系</b> オイルミストトラップとオスミウム吸着フィルタは、ポンプに直結して排気ガスを清浄化している		
電源	単相 AC100V 50Hz/60Hz 12A	単相 AC100V 50Hz/60Hz 10A	
外形寸法	610(W)×445(D)×510(H)mm,突起部除く	450(W)×425(D)×445(H)mm,突起部除く	
重量	約50kg	約30kg	
オプション	四酸化ルテニウム(RuO $_4$ )昇華室,染色用グリッドホルダー排気ユニット	- , 昇華室輸送容器, 大気非暴露チャンバー, 簡易ドラフトフード,	

### ロータリーポンプ (OsO $_4$ /RuO $_4$ フィルター付)

電源	AC100V 50Hz(60Hz) 550W	AC100V 50Hz(60Hz) 200W
全負荷電流	単相 9.0A(8.4A)	単相 5.6A(4.8A)
排気速度	200L(240L) /min	50L(60L) /min
外形寸法	170(W)×520(L)×560 (H)mm	170(W)×400(L)×580 (H)mm
重量	約31kg	約18kg

## オプション・消耗品

### オスミウム昇華室

- $OsO_4$ アンプルを中に入れ、昇華室内でアンプルを割断することが可能です。
- •OsO<sub>4</sub>アンプルには、OsO<sub>4</sub>が500mg入っています。





四酸化オスミウムアンプル (OsO<sub>4</sub>)

#### ルテニウム昇華室(オプション)

- ・RuO₄瓶ごと中に入れることが可能です。
- ・RuO₄瓶には、RuO₄が、1g入っています。



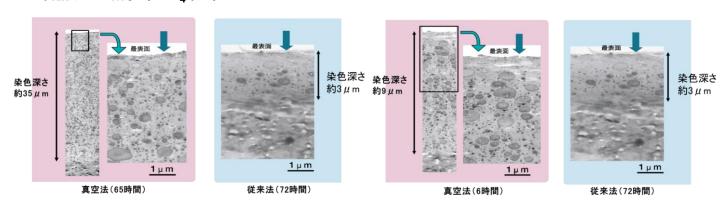


四酸化ルテニウム瓶 (RuO<sub>4</sub>)

## テクニカルデータ

## テクニカルデータ1

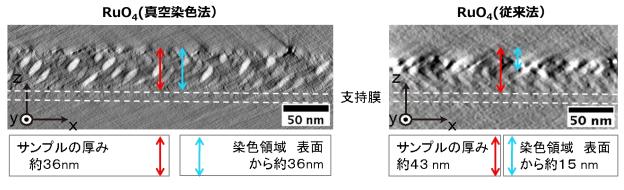
### ABS樹脂のTEM観察(OsO₄染色)



真空電子染色では、短時間の染色で深い領域まで染色が可能。

## テクニカルデータ2

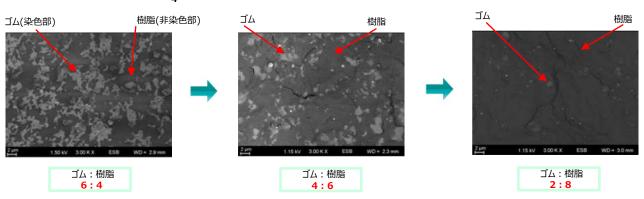
#### 三次元再構成像(電子線トモグラフィー法)



真空電子染色では、全体に均一に染色されている

## テクニカルデータ3

### ゴム/樹脂ブレンドのSEM像(OsO4染色)



ゴムの量が多いほど染色度合いが大きいことが観察される。



# フィルジェン 株式会社 試薬機器部

【お問い合わせ】

〒459-8011 愛知県名古屋市緑区定納山1丁目1409番地

TEL: 052-624-4388 FAX: 052-624-4389

E-mail: biosupport@filgen.jp URL: https://filgen.jp/

代理店

(May,2023)